

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche

Scientifique

Université Abderrahmane Mira- Bejaia



Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

Mémoire de fin d'études

Filière : Génie des Procédés

Option : Polymères et composites

Thème

***Effets de la modification chimique par $KMnO_4$ et PP-g-MA sur
les propriétés physico-chimiques des composites
polypropylène/papier carton***

Présenté par :

M^{elle} BRIBI Siham

M^{elle} ACHEMOUKH Naouat

Dirigé par :

Pr. H. DJIDJELLI

Co-promotrice :N. CHIBANI

Promotion 2014

Remerciements

Avant tout, nous tenons à remercier Dieu le tout puissant pour nous avoir donné la force et la patience pour mener à terme ce travail.

Nous remercions nos familles respectives qui nous ont toujours encouragées et soutenues durant toutes nos études.

Nos plus grands remerciements vont à notre promoteur Monsieur Djidjelli Hocine pour les efforts qu'il a déployés, les conseils fructueux qu'il n'a cessés de nous prodiguer avec bienveillance.

Nous remercions également Mr Boukerrou Amar et Mme Chibani pour l'aide qu'ils nous ont fournie.

Nous n'aurons garde d'oublier dans ces remerciements les membres du jury qui nous ont honorés par leur présence, et d'avoir accepté d'évaluer notre travail.

Nous remercions tous nos amis (es) qui nous ont beaucoup aidés à la réussite de ce travail

Enfin, nous remercions tous ce qui a contribué à faciliter la tâche de notre travail, en prodiguant généralement leur aide accompagnée de sympathie et d'encouragements trouvent ici l'expression de notre sincère gratitude.

Dédicaces

Rien n'est aussi beau à offrir que le fruit d'un labeur qu'on dédie du fond du cœur à ceux qu'on aime et qu'on remercie en exprimant la gratitude et la reconnaissance durant toute notre existence.

À mes très chers parents qui m'ont guidé durant les moments les plus pénibles de ce long chemin, ma mère qui a été à mes côtés et m'a soutenue durant toute ma vie, et mon père qui a sacrifié toute sa vie afin de me voir devenir ce que je suis, merci mes parents.

À ma tendre moitié... Merci ! Mustapha pour ta patience, tes sacrifices, et tes encouragements. Je n'oublierai jamais ce que tu as fait pour moi.

À ma petite princesse Lina

À mes frères Achour, Ghiles et Mazigh.

À mes sœurs Dahbia, Kahina et Samia.

À mes oncles et tantes

À mes beaux-parents.

À mes beaux-frères et belles sœurs

À mes nièces, et neveux

À mes grands-parents et tous mes proches

À tous mes amis (es) sans exception.

Siham

Dédicaces

J'ai le grand plaisir de dédier ce modeste travail à :

A mes parents a3zizen : Pour les encouragements, l'amour et surtout toute leur patience qu'ils m'ont prodigué tout au long de mes études malgré leur lourde responsabilité. J'implore alors leur pardon et que dieu inchaa Allah leur offre le paradis de leur choix,

A mes frères Abdarzak, Hemich

A mes sœurs Sonia, Loubna, Wazna et Saliha ; et ma belle-sœur Nabila, Je vous dédie ce travail en témoignage des liens solides et intimes qui nous unissent en vous souhaitant un avenir plein de succès et de bonheur et beaucoup de réussite à vos enfants.

A ma tente daykha (que dieu garde son âme).

A mes neveux : Amine, Anis, Fatima le petit poussin Islam.

A Tout mes amis et particulièrement les plus intimes en témoignage des moments inoubliables, des sentiments purs, et des liens solides qui nous unissent.

A ma binôme Siham et toute sa famille.

Nouât

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale 1

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites

I.1 Matériaux composites..... 4

I.1 .1 Introduction 4

I.1.2 Définition des matériaux composites 4

I.1.3 Classification des composites..... 5

I.1.4 Les constituants des composites..... 6

I.1.4.1 Matrice..... 6

a- Les Thermoplastiques..... 6

b- Les thermodurcissables 7

I.1.4.2 Renforts et charges 9

I.1.5 Procédés de mise en œuvre des composites 17

I.1.5.1 Le moulage par compression..... 18

I.1.5.2 Le moulage par injection 18

I.1.5.3 Le moulage par transfert de résine RTM..... 18

I.1.6 Domaine d'application des composites 19

I.1.7 Interface matrice-renfort dans un matériau composite 19

I.1.8 Modifications des interactions à l'interface 20

I.1.8 Modification physique..... 20

I.1.9 Méthodes chimiques..... 20

I.1.9 Conclusion..... 26

Chapitre II : Revues bibliographiques

Chapitre III : *Matériaux utilisés et techniques expérimentales*

III.1 Présentation des produits utilisés	35
III.1.1 Le Polypropylène	35
III.1.2 La charge utilisée	36
III.1.3 Réactifs	36
III.1.3.1 Le permanganate de potassium.....	36
III.1.3.2 Acétone	37
III.1.3.3 PP-g-MA.....	37
III.2 Modification chimique de papier carton par le permanganate de potassium.....	38
III.3 Composition chimiques des fibres de papier carton	39
III.3.1 Teneur en cendre.....	39
III.3.2 Teneur en lignine	39
III.3.3 Teneur en Holocellulose	39
III.4 Caractérisation de la fibre de papier carton	39
III.4.1 Caractérisation spectroscopiques.....	39
III.4.1.1 FTIR.....	39
III.4.1.2 Difractions des rayons X (DRX)	41
III.5 Élaboration des composites	43
III.5.1 Extrusion double vis	44
III.5.2 Moulage par injection	45
III.5.3 Préparation des éprouvettes	46
III.6 Caractérisations des composites	46
III.6.1 Caractérisation physique.....	47
III.6.1.1 Test de densité	47
III.6.1.2 Test d'absorption d'eau	48
III.6.1.3 Indice de fluidité	48

III.6.2 Caractérisation mécanique.....	50
III.6.2.1 Test de traction	50
III.6.3 Caractérisation morphologiques : Microscopie électronique à balayage	52
III.7 Caractérisation thermique par DSC	52

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1 Caractérisation de la fibre de papier carton	54
IV.1.1Caractérisation spectroscopique	55
IV.1.1.1 Spectroscopie infrarougeà transformée de Fourier (IRTF)	55
IV.1.1.2 Diffraction des rayons X de papier carton (DRX).....	57
IV.1.2 Test de mouillabilité	58
IV.2 Caractérisation des composites.....	60
IV.2.1 Caractérisation physique.....	60
IV.2.1.1 La densité	60
IV.2.1.2 Absorption d'eau	60
IV.2.1.3 Indice de fluidité.....	62
IV.2.2 Diffraction des rayons X des composites	63
IV.2.3 Caractérisation mécanique.....	64
IV.2.3.1 Test traction	64
IV.2.4 Caractérisation morphologique.....	67
IV.3 Caractérisation thermique par DSC	68
Conclusion générale.....	70

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Liste des abréviations

PP	Polypropylène ;
PC	Papier carton ;
PCV	Papier carton vierge ;
PCM	Papier carton modifié avec 0,5 de KMnO_4 ;
F0	Formulation préparée à partir de polypropylène ;
F1	Composite à base du PP renforcé par les fibres de PCV ;
F2	Composite à base du PP renforcé par les fibres de PCM ;
F3	Composite à base du PP renforcé par les fibres de PCV et le PP-g-MA ;
PP-g-MA	Anhydride maléique greffé sur le PP ;
PLA	Poly (acide lactique) ;
PVC	Polychlorure de vinyle ;
PE	Polyéthylène ;
cm	centimètre ;
m	mètre ;
ASTMD	Méthode normalisé ;
t	Temps ;
Tc	Taux de cristallinité ;
IF	Indice de fluidité ;
TD	Thermodurcissable ;
TP	Thermoplastique ;
T_f	Température de fusion ;
T_{ref}	Température de refroidissement ;
IRTF	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier ;
DRX	Diffraction des rayons X ;
WPC	Composites bois/plastique.
MEB	Microscopie électronique à balayage ;
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage ;
PS	Polystyrène ;
CMO	Composites à matrices organiques ;
CMC	Composites à matrices céramiques ;
CMM	Composites à matrices métalliques ;

GPa	Gega Pascal ;
MPa	Méga pascal (unité de mesure de la pression) ;
F	L'effort maximal ;
S	Section de l'éprouvette ;
E	Module d'Young ;
K	Energie potentielle ;
ρ	Masse volumique.

Liste des figures

Figure I.1. Schéma d'un composite idéal.	5
Figure I.2. Classification schématique des différents types de composites.	5
Figure I.3. Type de matrice.	6
Figure I.4. Structure chimique du polypropylène isotactique.	8
Figure I.5. Classification des fibres naturelles PP fibre naturelle.	10
Figure I.6. Structure de la cellulose.	13
Figure I.7. Structure chimique de l'hémicellulose.	13
Figure I.8. Structure chimique de la lignine.	14
Figure I.9. Formation de liaisons hydrogènes entre les fibres : A. Fibres raffinées dans l'eau, B. Fibres raffinées séchées.	17
Figure I.10. Schéma de la réaction d'estérification entre l'anhydride maléique et les fibres cellulosiques.	21
Figure I.11. Schéma de la modification chimique des fibres cellulosiques par benzylation.	22
Figure I.12. Modification chimique de la cellulose pour comptabilisation avec la matrice PP.	23
Figure I.13. Schéma de la modification chimique des fibres cellulosiques par le permanganate de potassium.	23
Figure I.14. Schéma du traitement alcalin des fibres cellulosiques.	24
Figure I.15. Schéma de la réaction chimique du traitement par un alcoxyde de silicium fonctionnalisé.	25
Figure I.16. Schéma de la réaction d'acétylation avec un catalyseur acide.	26
Figure I.17. Schéma de la réaction d'acétylation sans catalyseur acide.	26
Figure III. 1. Les montages de la modification chimique avec le KMnO_4	38
Figure III. 2. Schéma présent de FTIR.	40
Figure III. 3. Machine de diffraction des rayons X.	42
Figure III. 4. Diffractogramme type de la fibre de papier carton entre 10 et 70°.	43
Figure III. 5. Image de la machine d'extrusion.	44

Figure III. 6. Image de la machine d'injection	45
Figure III. 7. Dimensions de l'éprouvette	46
Figure III. 8. Photographie d'un densimètre	47
Figure III. 9. Photographie du test d'absorption d'eau.	48
Figure III. 10. Appareillage de mesure de l'indice de fluidité	49
Figure III. 11. Représentation schématique d'une courbe contrainte/déformation d'un essai uniaxial.....	50
Figure III. 12. Photographie de la machine de la traction	51
Figure III. 16. Photographie de l'appareillage MEB.	52
Figure IV. 1. Caractérisation spectroscopique de papier carton par IRTF.	56
Figure IV. 2. Schéma de la réaction de traitement par KMnO4.	57
Figure IV. 3. Spectres DRX de la fibre de papier carton.....	57
Figure IV. 4. Photographie du test de mouillabilité.....	59
Figure IV. 5. Evolution de la densité de la matrice PP et des composites.....	60
Figure IV. 6. Evolution de taux d'absorption d'eau de la matrice PP et des composites...61	
Figure IV. 7. Evolution de l'indice de fluidité de la matrice PP et de composites.	62
Figure IV. 8. Spectres DRX de la matrice PP et des composites.	63
Figure IV. 9. Evolution de la contrainte à la rupture de la matrice PP et des composites	65
Figure IV. 10. Evolution de l'allongement à la rupture de la matrice PP et des composites	66
Figure IV. 11. Evolution du module de Young de la matrice PP et des composites.	67
Figure IV.12. Images du microscope électronique à balayage des composites*200	68

Liste des tableaux

Tableau I. 1. Caractéristiques de quelques résines thermoplastiques et Thermodurcissables.....	7
Tableau I. 2. Les propriétés des polypropylènes.....	9
Tableau I. 3. Composition de quelques fibres végétales.....	12
Tableau III. 1. Les propriétés mécaniques du polypropylène isotactique 100-GA.....	35
Tableau III. 2. Composition chimique de papier carton.....	36
Tableau III. 3. Caractéristiques de permanganate de potassium.....	37
Tableau III. 4. Caractéristiques de l'acétone.....	37
Tableau III. 5. Caractéristiques de PP-g -MA.....	38
Tableau III. 6. La composition massique des différentes formulations.....	43
Tableau III. 7. Paramètres et consignes du travail sur l'extrudeuse.....	44
Tableau III. 8. Paramètres et consignes du travail sur l'injection.....	45
Tableau IV. 1. Composition chimique de papier carton.....	54
Tableau IV. 2. Taux de cristallinité des fibres de papier carton à différentes concentrations de KMnO_4	58
Tableau IV. 3. Taux de cristallinité des différents composites élaborés.....	64
Tableau IV. 4. Caractéristiques de fusion des composites à base de PP renforcés par des fibres de papier carton obtenues à partir des courbes DSC.....	69

Introduction

Générale

Introduction générale

L'utilisation quotidienne des matériaux polymères dans des secteurs d'activité divers comme l'automobile ou l'emballage nécessite des progrès et innovations permettant d'améliorer les propriétés de ces matériaux et d'augmenter la diversification de leurs champs d'applications. L'incorporation d'agents renforçant dans les polymères conduit à des matériaux dits composites et permet de répondre efficacement aux attentes économiques et pratiques. [1]

Les composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont, soit les moins coûteux possible, soit les plus performants, et dans l'idéal les deux à la fois. De plus, dans un souci de protection de l'environnement et de santé publique, les composites tendent à intégrer un caractère écologique. Il est important donc de faire un point sur les différentes catégories de matériaux issus de ressources renouvelables et biodégradables. Certains secteurs industriels, comme l'emballage et le transport, s'intéressent à l'utilisation de fibres cellulosiques qui conduisent à des produits ayant une bonne aptitude à la mise en forme et de bonnes performances. Le nombre d'études concernant ces nouveaux matériaux est en continuelle augmentation et leur développement représente un enjeu important. Les travaux antérieurs ont pu mettre en évidence leurs avantages et leurs limitations intrinsèques. [2]

La finalité de la mise en œuvre d'un composite est de combiner deux ou plusieurs matériaux (renfort, matrice) tout en créant une synergie entre ces différents constituants afin qu'il en résulte un produit plus performant que chacun des composants pris individuellement. Outre les matrices thermoplastiques et les thermodurcissables conventionnels (polypropylène PP, Polyéthylène PE, polychlorure de vinyle PVC, époxy EP...), d'autres polymères d'origine végétale (amidon de maïs, acide polylactique PLA) peuvent être utilisés. Pour le renforcement, les fibres issues de déchets alimentaires (grignon d'olive, noyaux de datte) présentent de nombreux atouts (impacts environnementaux faibles, bonnes propriétés mécaniques spécifiques). Il s'agit de ressources largement abondante, biodégradables et ne demandant que peu d'énergie pour être utilisées. [2]

Le manque de compatibilité entre les fibres cellulosiques et certains polymères, comme les thermoplastiques, tient à la nature hydrophile des fibres végétales et au caractère plus hydrophobe de la matrice. Cette "incompatibilité" provoque une mauvaise dispersion des fibres et la formation d'un matériau hétérogène dont les propriétés mécaniques globales ne sont pas très satisfaisantes. Cela constitue une difficulté majeure sachant que l'interface est le lieu privilégié

du transfert des contraintes entre le renfort et la matrice. De façon plus générale, l'interface fibre/polymère est le point stratégique des activités de recherche menées sur les composites à base de fibres naturelles. L'autre difficulté majeure provient de la très grande diversité et surtout variabilité de ces fibres naturelles qui en font une matière première aux caractéristiques difficiles à maîtriser. [2]

Afin de réduire ces problèmes liés à la nature propre de la fibre, différents traitements ont été proposés et peuvent améliorer l'adhésion, la dispersion des fibres et la stabilité thermique. Il s'agit de traitements mécaniques (extrusion, calandrage...), physiques (plasma, UV, rayons ...) ou chimiques (amorphisation de la cellulose puis plastification de la fibre par greffage, traitements alcalins ou peroxydes, ...). Ces derniers sont à l'heure actuelle, et de loin, les plus utilisés.

C'est dans ce contexte global que s'inscrivent les travaux de ce mémoire intitulé « élaboration et caractérisation d'un composé organique basé sur une matrice thermoplastique (PP) et une charge lignocellulosique papier carton ». L'objectif principal de notre travail est de valoriser un déchet local qui est le papier carton dans l'élaboration d'un matériau composite à base de polypropylène.

Pour mener à bien ce travail, une partie théorique qui traite essentiellement des différents constituants utilisés pour la mise en forme des composites (structure, propriétés et disponibilité) et donne également des informations sur les matériaux composites a été effectuée. Les principales techniques de modification de la surface des substrats celluloses décrites dans la littérature sont aussi analysées. Cette revue théorique préliminaire se subdivise en deux chapitres :

Le premier traite essentiellement des renforts naturels, des matrices polymères dans leur généralité, les principales techniques de modification de la surface des substrats celluloses et leur influence sur leurs propriétés ainsi que les notions d'adhésion.

Le deuxième présente une revue bibliographique où plusieurs publications traitent l'amélioration de l'adhésion interfaciale fibre-matrice par l'utilisation d'agents compatibilisants.

S'agissant de la suite du mémoire :

Le troisième chapitre décrit les différentes techniques expérimentales utilisées et les conditions d'élaboration des composites étudiés.

Le quatrième chapitre est consacré à la description et la discussion des résultats avec la caractérisation physico chimique des composites avant et après le traitement avec le KMnO_4 et l'agent compatibilisant PP- g -MA ainsi que la détermination de leurs propriétés mécaniques et l'influence de ses traitements sur les caractéristiques mécaniques, les propriétés thermiques et microstructurales des composites et Pour finir, les principaux résultats sont synthétisés dans la conclusion générale.

CHAPITRE I

Généralités sur les matériaux composites

I.1 Matériaux composites

I.1.1 Introduction

Les polymères sont sollicités dans beaucoup de domaines, ils sont recherchés pour leur propriétés physico-chimiques, mécaniques ou encore optiques, électriques...Cependant, au moment de la conception de l'objet, on se rend souvent compte que les propriétés de polymère seul sont insuffisantes. En effet la technologie moderne a besoin de matériaux qui allient à la fois une rigidité, une résistance mécanique, une ténacité élevée et une grande légèreté. Aucun matériau simple ne permet de combiner ces caractéristiques physiques ; c'est pourquoi, depuis un certain nombre d'années, on cherche à obtenir des matériaux combinant différentes propriétés et ces matériaux sont les matériaux composites. [3]

En dépit de ces avantages, l'utilisation de charges naturelles dans le renforcement de certaines résines thermoplastiques, présente un inconvénient conséquent qui est l'incompatibilité entre la cellulose de caractère polaire et hydrophile, et le thermoplastique non polaire et hydrophobe en donnant une faible adhésion matrice/renfort. [4]

Plusieurs modifications physiques et chimiques de la surface de fibre peuvent être utilisées afin de réduire la concentration des groupements hydroxyles (-OH) et leurs remplacement par d'autres groupements non polaires et cela dans le but d'améliorer les propriétés du composite final. [4]

I.1.2 Définition des matériaux composites

Un matériau composite est constitué d'un mélange de plusieurs phases de nature, de structure, de compositions physique et chimique distinctes, et des propriétés mécaniques variées. [5]. En d'autres termes, un matériau composite est constitué généralement d'une ou de plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes le composite est dit hybride. La phase discontinue est habituellement plus dure et avec des propriétés mécaniques en traction supérieures à celle de la phase continue [6]. La phase continue est appelée matrice, la phase discontinue est appelée renfort. [7]

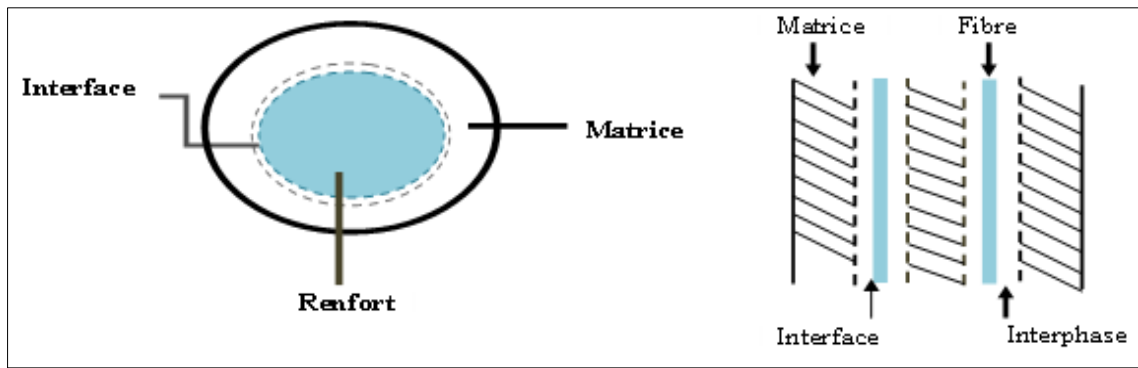


Figure I.1. Schéma d'un composite idéal. [8]

I.1.3 Classification des composites

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice : [8]

- ❖ les composites à matrices organiques (CMO) qui constituent les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle (90% des volumes)
- ❖ les composites à matrices céramiques (CMC) réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme le spatial, le nucléaire et le militaire, ainsi que le freinage (freins carbone). Ils peuvent être utilisés au-delà de 1000°C
- ❖ les composites à matrices métalliques (CMM) qui sont utilisés jusqu'à 600°C. Les matériaux composites disposent d'atouts par rapport à des produits concurrents. Ils apportent de nombreux avantages : grande résistance à la fatigue, faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur et de la corrosion, insensibles aux produits chimiques comme les graisses, huiles, liquides hydrauliques, peintures, solvants, pétrole. [9]

Macroscopiquement, les deux principaux constituants des composites sont le renfort et la matrice. [8]

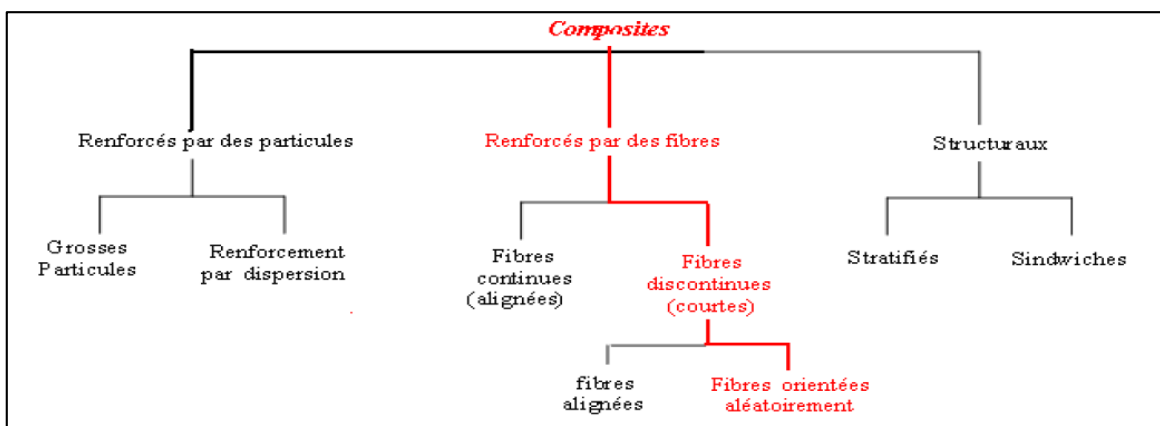


Figure I.2. Classification schématique des différents types de composites. [10]

I.1.4 Les constituants des composites

Un matériau composite est par définition une combinaison de deux ou plusieurs constituants à structures différentes permettant l'obtention d'un certain nombre de propriétés intéressantes que n'ont pas ces constituants pris individuellement.

I.1.4.1 Matrice

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune a un domaine particulier d'utilisation. Dans les applications où une tenue de la structure aux très hautes températures est requise, des matériaux composites à matrice métallique, céramique où peuvent être atteintes. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure I.3. [11]

La matrice a pour but principal de transmettre les efforts mécaniques au renfort. Elle assure aussi la protection du renfort vis-à-vis des diverses conditions environnementales (abrasion, intempéries, lumière, chocs...). [12]

Les résines polymères les plus employées dans les matériaux composites sont les résines thermoplastiques et thermodurcissables.

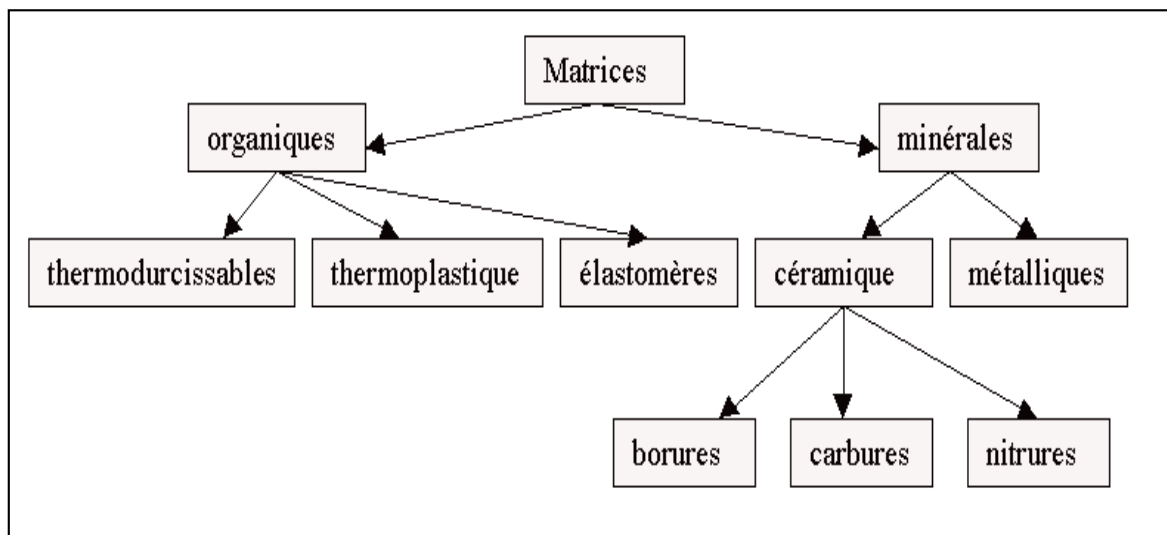


Figure I.3. Type de matrice. [11]

a- Les Thermoplastiques

Les matrices thermoplastiques (macromolécules linéaires ou légèrement ramifiées) sont les plus utilisées compte tenu de leur facilité de mise en œuvre et de leur faible coût. Elles se présentent sous forme semi cristallines.

Les thermoplastiques sont des chaînes polymères reliées entre elles par de faibles liaisons. Ils sont recyclables et possèdent au moins un solvant. Les thermoplastiques représentent le plus

grand tonnage en termes de production à cause de leur facilité de mise en œuvre et des faibles coûts. Ce sont principalement les plastiques traditionnels (le polychlorure de vinyle PVC, le polyéthylène PE, le polypropylène PP, le polyamide PA, les polycarbonates PC, etc.).

Leur recyclabilité et leur thermo-réversibilité constituent des avantages très importants. Il existe aussi des thermoplastiques à usage spécifique qui peuvent résister à des températures de l'ordre de 200°C ou plus. [13]

b- Les thermodurcissables

Les thermodurcissables sont des solides infusibles et insolubles qui forment un réseau tridimensionnel à partir des segments moléculaires liés entre eux par une densité élevée de liaisons covalentes. Les thermodurcissables sont mis en forme de façon irréversible par des réactions chimiques entre la résine et le durcisseur, ce dernier assure la création de liaisons pontales entre les différentes chaînes moléculaires du polymère. Vu leur faible viscosité avant durcissement, les thermodurcissables sont largement employés comme matrice dans les matériaux composites. [14]

Exemples : Polyesters non saturés, Résine époxyde, phénol formaldéhyde ...etc.

Tableau I. 1. Caractéristiques de quelques résines thermoplastiques et thermodurcissables. [8]

	ρ (Kg/m ³)	E (GPa) *	σ (MPa) *
Polypropylène	900	1,1 - 1,4	20 – 35
Polyamides	1140	1,2 - 2,5	60 – 85
Résines polyesters	1200	2,8 - 3,5	50 – 80
Résines époxydes	1100 - 1500	3 – 5	60 – 80
Résines de condensation	1200	3	40

* Grandeur obtenue en essai traction

a .1 Le polypropylène

Pour ce présent travail nous nous sommes intéressés à une matrice thermoplastique qui est le polypropylène, du fait qu'il possède d'excellentes propriétés. Le polypropylène est largement utilisé dans diverses industries telles que l'automobile, construction, emballage alimentaire et même dans le domaine médical. La diversité d'application du polypropylène n'est pas du tout un

hasard, mais elle résulte du fait, qu'il possède de très bonnes résistances chimiques, basse densité, un point de fusion relativement élevé. [15,16]

Le polypropylène (PP) est une polyoléfine linéaire obtenue par polymérisation du propène via une catalyse stéréospécifique. En d'autres termes, le polypropylène (PP), est un thermoplastique formé de chaîne linéaire constitué de motifs propylènes dans le cas d'un homopolymère et d'une altération contrôlée de motifs propylène et éthylène dans les copolymères. Le PP résiste bien aux alcalins et aux acides. [17,18]

Selon la structure, il y a trois sortes de polypropylène : isotactique, syndiotactique, atactique. Le polypropylène le plus courant est isotactique (figure I.4) ; cela signifie que les groupes méthyles sont tous de même côté de la chaîne. Mais on utilise parfois du polypropylène atactique (les groupes méthyles sont placés au hasard de part et d'autre de la chaîne). Le polypropylène peut être formé de copolymères séquencés, qui contiennent des séquences polypropylène isotactique et des séquences polypropylène atactique dans la même chaîne de polymère conduisant à un polymère caoutchouteux. [19]

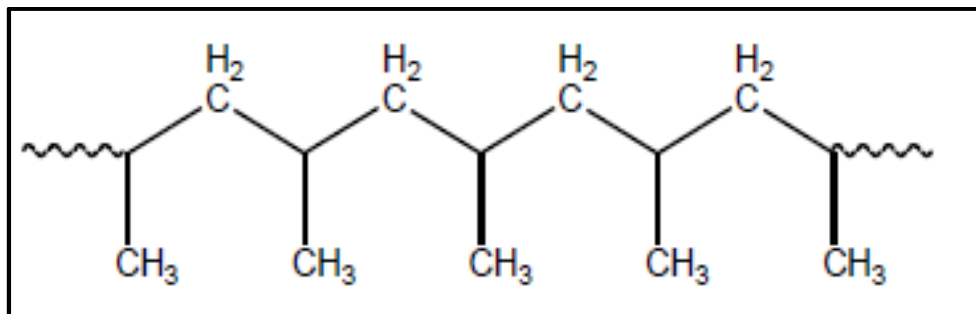


Figure I.4. Structure chimique du polypropylène isotactique. [20]

a-2 Propriétés générales du polypropylène

Les propriétés des polypropylènes, qu'ils soient des homopolymères ou des copolymères, dépendent de leur cristallinité, de leur masse moléculaire, de leur distribution moléculaire, dont certaines sont résumées sur le tableau I. 2. [21]

Tableau I.2. Les propriétés des polypropylènes. [21]

Propriétés	Valeurs (unités)
Masse volumique moyenne	0.905 (g/cm ³)
Indice de fluidité à chaud : 230 °C 2.16Kg	2-3 (g/10min)
Le taux de cristallinité	60 et 70 (%)
Température de fusion	165-170 (°C)

a.3 Domaines d'application du Polypropylène

Vu les caractéristiques du polypropylène, il se trouve utilisé dans des domaines d'application très variés : l'industrie automobile, l'électroménager, récipients pour margarine, meubles de jardin, emballages pour gâteaux, fibres pour certains tapis de sol, classeurs, valisettes, boîtes de stockage, conduits d'aération et pare-chocs. [18,21]

I.1.4.2 Renforts et charges

Au cours des dernières années, l'utilisation des fibres naturelles dans les composites a suscité un grand engouement, et particulièrement dans le secteur des composites à matrice organique. [22] Du fait d'une demande croissante d'éco-matériaux et du coût de plus en plus élevé des fibres synthétiques (carbone ou verre), de nouveaux matériaux contenant des fibres naturelles sont en cours de développement. Ils ont pour avantage d'être plus légers tout en ayant des propriétés mécaniques intéressantes. De plus, ils présentent l'avantage d'avoir un coût beaucoup moins élevé que les synthétiques, associés à une densité plus faible, et de constituer une ressource renouvelable. Ils ont le rôle d'assurer la bonne tenue mécanique des composites et sont disposés au sein du matériau en fonction des propriétés recherchées. [22, 23,24]

Ainsi donc, le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques. Il peut se présenter sous de nombreuses formes : fibres courtes ou fibres continues (tissus ou texture multidirectionnelle) en fonction de l'application envisagée. Les fibres possèdent généralement une bonne résistance à la compression. [25]

I.1.4.2.1 Les fibres naturelles

Les fibres naturelles sont très utilisés depuis 3000ans dans les composites, par exemple dans l'ancienne Egypte, où la paille et l'argile étaient mélangés pour construire des murs. Au cours de la dernière décennie, les composites renforcés de fibres naturelles ont reçu une attention croissante, tant auprès du monde universitaire que de diverses industries il existe une grande variété de fibres naturelles qui peuvent être utilisées pour le renforcement des polymères ou comme charge. [26]

Le développement des composites comportant des fibres naturelles est donc un sujet d'intérêt depuis les dix dernières années. Ces fibres naturelles sont des fibres à faible coût et à faible densité et elles possèdent des propriétés spécifiques, par exemple elles sont biodégradables et non abrasives. [26]

Une fibre est une matière très performante. Au fait, les modules d'élasticité et la résistance à la rupture d'une fibre extraite d'un matériau donné sont beaucoup plus significatifs que ceux du matériau brut. Il en résulte que l'assemblage des fibres engendre de meilleures propriétés que le même volume du matériau sous sa forme massive. [27]

Donc nous pouvons subdiviser les fibres naturelles en trois grands groupes selon leurs origines : les fibres végétales, les fibres minérales, les fibres animales comme le montre la figure I.5, nous serons intéressés dans notre travail aux renforts de types naturels végétaux. [27]

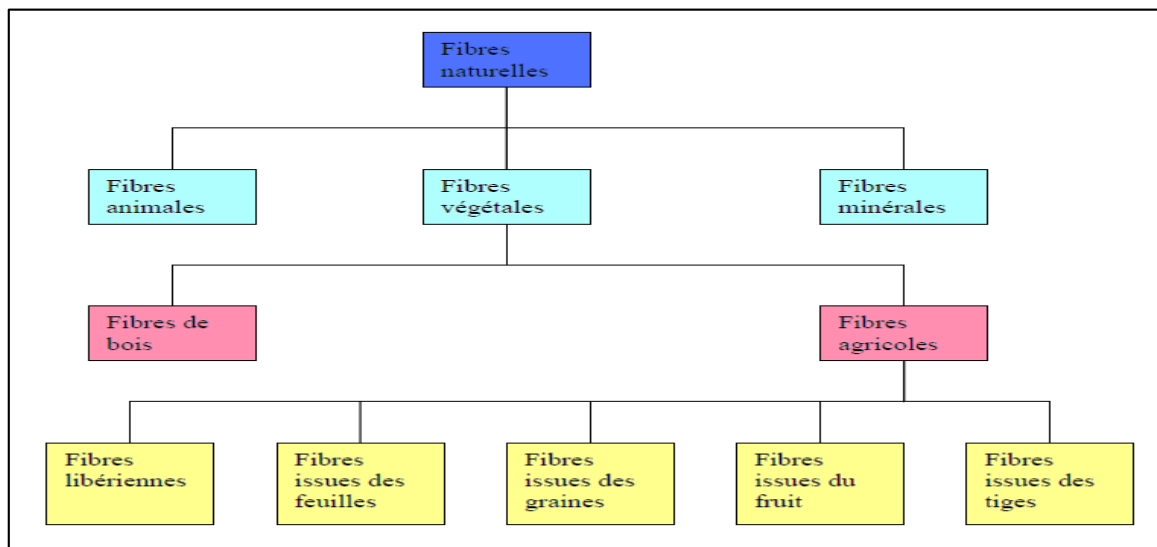


Figure I.5. Classification des fibres naturelles PP fibre naturelle.[26]

Les fibres naturelles contiennent principalement de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine ; il existe aussi, en faible proportion, des constituants extractibles comme les protéines ou encore des composés inorganiques. La proportion d'holocellulose (comprenant la cellulose et

l'hémicellulose) et de lignine varie selon les fibres naturelles et l'âge de ces fibres. La composition dépend de la condition de croissance, de l'âge du végétal, des conditions climatiques et bien sûr de la nature des fibres. [28]

I.1.4.2.2 Les fibres végétales

Les fibres naturelles, surtout les fibres végétales, sont très utilisées car elles sont très disponibles. Leur utilisation valorise donc les ressources locales d'un pays donné, tout en respectant l'environnement.

Les performances varient d'une fibre à une autre et il convient donc de noter que chaque type de fibres, dans ce cas les fibres végétales ou cellulosiques, possède des caractéristiques très variables, dues au caractère naturel. [29]

Les fibres végétales peuvent être associées à des matrices de différentes natures. L'utilisation de fibres végétales dans une matrice thermoplastique ou thermodurcissable est une technique déjà utilisée et industrialisée notamment dans l'automobile (panneaux intérieurs, garnitures de toit, planchers de camions etc.), la construction (profilés de portes et de fenêtres, clôtures, bardages etc.) ou encore dans l'équipement domestique (meubles de jardin par exemple). [30]

I.1.4.2.3 Principaux constituants des fibres végétales

Les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des fibres sont directement liées à sa composition en polymères naturels. Les constituants chimiques des fibres peuvent être divisés en deux groupes de substances :

Les substances macromoléculaires constitutives de la paroi cellulaire sont largement majoritaires. Il s'agit de la cellulose, des hémicelluloses et des lignines qui forment une structure dont la séparation nécessite de puissants traitements chimiques.

Les substances de faible masse molaire sont plus spécifiques à certaines espèces. Il s'agit des substances extractibles ou extraits. [23,20]

Tableau I. 3. Composition de quelques fibres végétales. [23, 31]

Fibre	Cellulose (%)	Humidité (%)	Cendre (%)	Lignine et pectine (%)	Extractibles (%)
Jute de Congo	75.3	07.7	1.8	13.5	1.4
Lin	76.0	09.0	1.0	10.5	3.5
Chanvre	77.1	08.8	0.8	09.3	4.0
Sisal	77.2	06.2	1.0	14.5	1.1
Abaca	63.7	11.8	1.0	21.8	1.6
Cotton	90.0	08.0	1.0	00.5	0.5

a. La Cellulose

La cellulose est le constituant qui assure la protection et le soutien dans les organismes végétaux. Elle se situe dans la paroi des fibres et constitue la substance organique la plus abondante dans la nature. [32]

La cellulose possède une structure en majeure partie cristalline, contrairement aux autres composantes des fibres qui présentent une structure amorphe. La cellulose cristalline se caractérise ainsi par un module d'élasticité très élevé, soit environ 136 GPa à comparer aux 75 GPa de la fibre de verre. Cette rigidité émane d'un agencement supramoléculaire hélicoïdal très ordonné de la structure cristalline. Lors d'une elongation des fibres, cette structure particulière engendre un couplage torsion/traction qui peut avoir des incidences sur l'interface, sur la déformation ou sur les mécanismes de rupture d'un composite.

La cellulose est constituée par un enchaînement de cycles gluçopyranose avec une liaison glycosidique du type β 1-4. Le degré de polymérisation (DP), varie selon l'espèce végétale. Il est par exemple de 10000 pour le coton, de 9000 pour le chanvre, le lin et le ramie. Cependant, la température de transition vitreuse de la cellulose amorphe, qui se situerait au-delà de 200°C, ne peut être évaluée avec précision car la cellulose se dégrade thermiquement à partir de 180°C. [33, 34,35] et sa structure chimique est représenté sur la figure ci après.

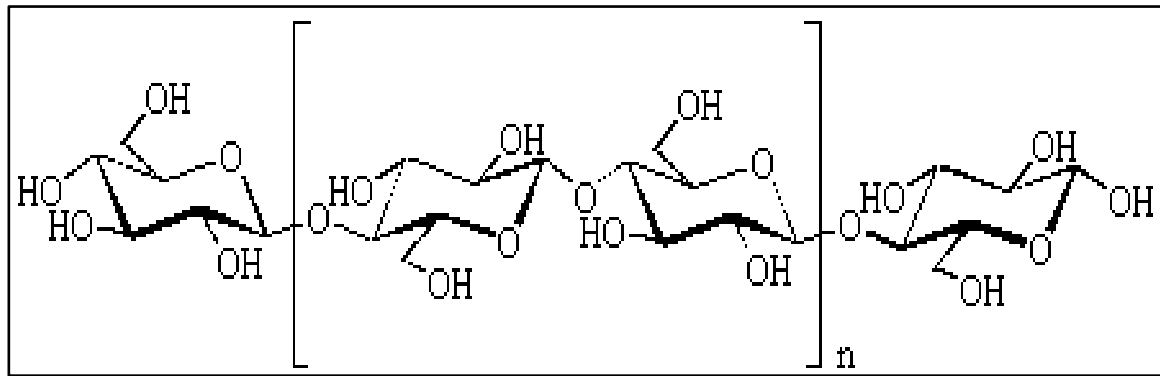


Figure I.6. Structure chimique de la cellulose. [8]

b. L'hémicellulose

Les hémicelluloses sont des polysaccharides, qui se trouvent dans tous les végétaux caractérisés par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications. Si l'on considère que le bois est un matériau composite dans lequel la cellulose est la fibre de renfort et la lignine est la matrice, les hémicelluloses jouent le rôle de comptabilisant à l'interface entre ces deux éléments. [32]

L'hémicellulose diffère de la cellulose par trois aspects. Tout d'abord, elle est composée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités 1,4- β D-glucopyranose. Deuxièmement, elle présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non-cristalline. Enfin, à l'état naturel, elle a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est 10-100 fois plus élevé. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides. [26]

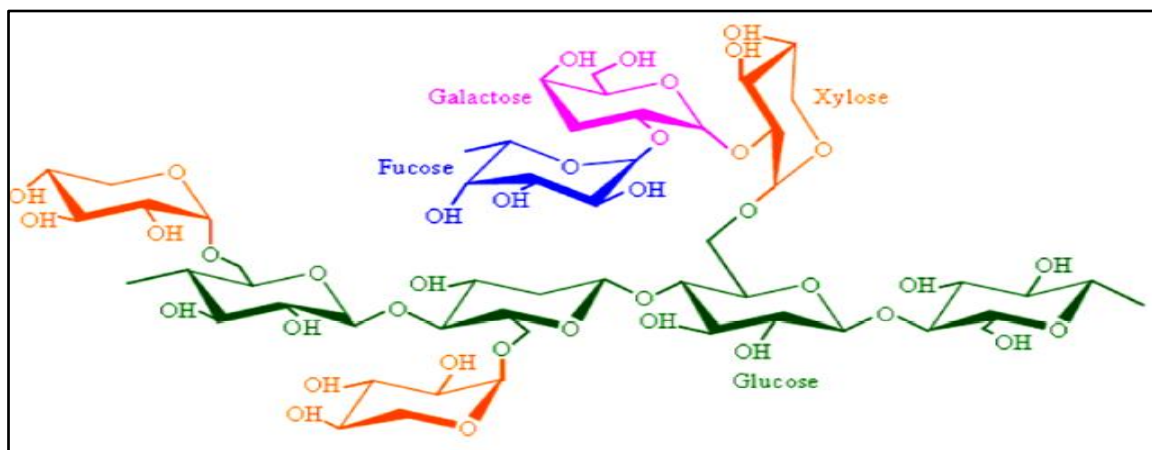


Figure I.7. Structure chimique de l'hémicellulose. [36]

c. La lignine

La lignine est la seconde substance présente sur la terre après la cellulose. [8] La lignine est une macromolécule extrêmement hétérogène composée de polymères aromatiques. Elle représente, après les polysaccharides, le polymère naturel le plus abondant sur terre. [26]

Les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropéniques [34]. Autrement dit, il s'agit d'un polymère réticulé *in situ* ayant une structure très complexe qui varie aussi en fonction de l'espèce et de l'âge du végétal, des conditions climatiques environnantes, etc. La structure de base est du phénol propane, elle possède une partie variable associée à la présence de substituant méthoxy en position 3, 4 et/ou 5 du noyau aromatique. L'autre caractéristique commune à toutes les lignines est la présence de fonctions OH aliphatiques mais là aussi, leur fréquence varie considérablement selon l'origine de polymère. [32]

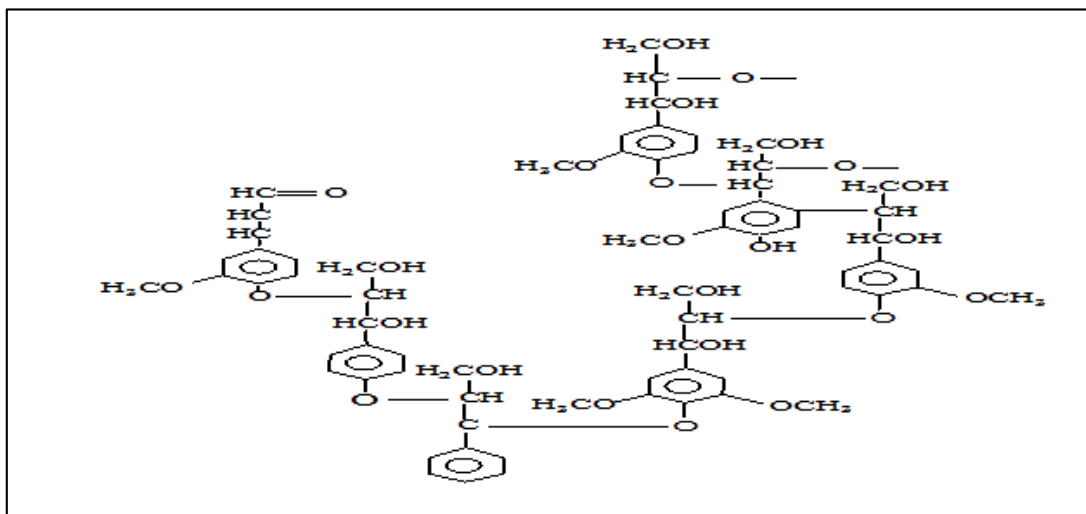


Figure I.8. Structure chimique de la lignine. [8]

➤ Le papier

Le papier est indissociable de notre quotidien. Il est tout simplement essentiel, que ce soit en tant que moyen de communication ou matériau d'emballage, à des fins hygiéniques ou techniques. Le papier est principalement composé de bois, lequel doit être abattu en énorme quantité pour sa fabrication. Les étapes ultérieures de ce processus nuisent considérablement, aux êtres vivants et à la nature. Le bois est une ressource naturelle qui peut être épargnée si l'on utilise le papier avec parcimonie, si on le réutilise et si on le recycle. Cela permet aussi d'économiser de l'énergie et de l'eau, d'où une contribution active à la protection de l'environnement. [37]

➤ Généralités

Le papier est constitué d'une infinité de fibres microscopiques enchevêtrées et parfaitement liées entre elles. Le bois, quelle qu'en soit l'essence, est constitué par des fibres cellulosiques amalgamées les unes aux autres par une substance thermoplastique, la lignine. Les fibres de cellulose sont extraites par des procédés mécaniques ou chimiques, puis mises en suspension dans une grande quantité d'eau pour constituer ce qu'on appelle la pâte à papier. La fabrication des papiers et cartons comprend trois phases successives : la préparation de la pâte, la fabrication de papier, avec ou sans traitements complémentaires, et la préparation en vue de la livraison et de la vente du papier-carton (découpage, bobinage...). [38]

➤ Fabrication du papier carton

Le carton est un matériau léger et rigide de même origine que le papier ordinaire, qui s'éloigne cependant des caractéristiques et usages de ce dernier selon sa composition, épaisseur et structure. Du point de vue du grammage, le passage du papier au carton se fait à 224 g/m² et 175 µm d'épaisseur, le carton occupant les grammages de 224 à 500 g/m². [38]

Le bois, qui est à l'origine de tout papier ou carton neufs, doit être transformé en une pâte façonnable avant d'être utilisable dans une papeterie. Il existe deux méthodes pour transformer du bois en pâte à papier : le procédé mécanique (pulpe broyé) et le procédé chimique (extraction de cellulose). Mais on peut également fabriquer du papier recyclé à base de vieux papiers. [39]

Les papiers récupérés peuvent être divisés en deux grandes catégories :

- Les sortes brunes : cartons et emballages ;
- Les sortes blanches : collectes de bureau, magazines et journaux. [40]

Les papiers récupérés constituent une matière première très hétérogène car ils peuvent contenir de la pâte mécanique et de la pâte chimique (écru ou blanchie). Il est donc difficile de connaître la composition fibreuse exacte. Les fibres recyclées peuvent être utilisées seules ou mélangées avec des fibres vierges. La proportion de fibres recyclées dans la pâte peut varier de 5 à 100 % selon le type de papier. Le carton gris contient 100 % de fibres recyclées, le papier impression-écriture peut en contenir plus de 10%. La pâte de fibres recyclées peut être désancrée puis blanchie pour une utilisation dans la production de sorte blanche. Elle peut également être utilisée sans désencrage pour la production de papiers de sorte brune. [40]

❖ Pâte mécanique

Ce sont des pâtes à haut rendement (environ 95%), peu onéreuses et aux propriétés mécaniques modestes. Ces procédés de traitement sont principalement utilisés pour les bois

résineux qui possèdent des fibres longues (3-4 mm). La séparation des fibres se fait en deux étapes, par un défibrage mécanique (qui peut être facilité par un prétraitement à la vapeur ou par des produits chimiques) suivi de raffinage des fibres. Il s'agit d'un procédé peu onéreux en produits chimiques, mais très consommateur d'énergie. Les pâtes ainsi produites possèdent des propriétés mécaniques et de blancheur (après blanchiment) inférieures à celle des pâtes chimiques. La pâte mécanique, souvent considérée comme une pâte de remplissage, est essentiellement destinée à la fabrication de produits nécessitant moins de résistance, tels que le papier journal, certains papiers de presse magazine et certains cartons. [39]

❖ Pâtes chimiques

Ce type de pâtes est obtenu en faisant subir aux copeaux de bois, une cuisson à haute température dans des réacteurs cylindriques verticaux appelés "lessiveurs", en présence de produits chimiques. Le rendement de cuisson est de l'ordre de 45 à 55%. Selon la solution de cuisson, les pâtes chimiques sont utilisées pour la fabrication de produits qui offrent une grande résistance. Les procédés de fabrication des pâtes chimiques sont :

- alcalins : procédé au sulfate ou Kraft, procédés soude - anthraquinone et kraft anthraquinone
- acides : procédés au bisulfite. [40]

❖ Les pâtes mi- chimiques

Elles proviennent de bois (généralement des feuillus) ou de paille ayant subi un traitement chimique modéré, complété par un traitement mécanique. Cette pâte à très haut rendement a des propriétés intermédiaires entre les pâtes mécaniques et les pâtes chimiques. [40]

➤ Théorie sur la formation de la feuille de papier

Au fur et à mesure que l'eau est éliminée de la feuille, les fibres qui se trouvent côte à côte ont tendance à venir en contact les unes avec les autres et des liaisons hydrogènes peuvent se développer entre les surfaces de la cellulose. Théoriquement, plusieurs types de liaisons pourraient se former pendant la fabrication de la feuille : enchevêtrement mécanique de fibres, liaisons covalentes, liaisons ioniques, liaisons hydrogènes ou liaisons par les forces de Van der Waals. La théorie la plus acceptée est celle des liaisons hydrogènes. Elles prennent naissance entre les groupements hydroxyles, à la surface des fibres et des fibrilles (Figure I. 9). [39]

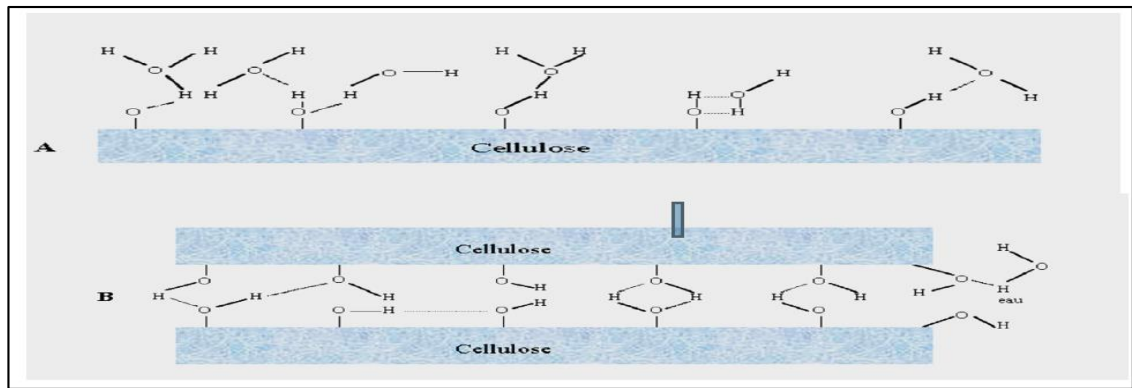


Figure I.9. Formation de liaisons hydrogènes entre les fibres : A. fibres raffinées dans l'eau, B. fibres raffinées séchées. [39]

➤ Estimations

L'Algérie consomme annuellement 572.000 tonnes de papier, dont 520.000 tonnes sont importées (papier et cartons), a affirmé, mardi le 08 octobre 2013 à Alger, la ministre de l'Aménagement du territoire et de l'environnement, Dalila Boudjemaa.

La ministre qui a inauguré le premier point de collecte de vieux papier et cartons, dans la commune de Kouba, a souligné que l'individu algérien consomme annuellement près de 20 kg de papier, contre 34 kg en Tunisie et en Jordanie et 70 au Liban et 300 kg aux Etats-Unis.

"Compte tenu de ces quantités consommées de papier et de carton, il faut œuvrer à la récupération de ce type précieux de déchets pour réduire leur volume d'importation d'une part et les exploiter dans l'industrie d'autre part", a-t-elle ajouté.

Pour atteindre ces objectifs, Mme Boudjemaa a insisté sur la nécessité de mettre en œuvre la stratégie nationale de récupération et de valorisation des différents types de déchets, soulignant l'importance de ces opérations en matière de protection de l'environnement et de création d'emploi.

Près de 200 micro-entreprises activent dans la récupération et la valorisation des déchets, a indiqué la ministre, appelant les investisseurs à exploiter ce domaine pour le développement d'une filière clé de l'industrie en Algérie.

Le volume des déchets est estimé en Algérie à 13,5 millions de tonnes par an, dont 60 % sont recyclables, alors que 6 % seulement sont recyclés ce qui induit une perte de près de 300 millions d'euros par an. [41]

I.1.5 Procédés de mise en œuvre des composites

L'élaboration de matériaux composites chargés avec des fibres naturelles se fait en général par plusieurs techniques, les plus utilisées sont :

I.1.5.1 Le moulage par compression

Qui domine largement, des investissements importants sont notés en moulage par compression, utilisant des fibres naturelles, en Chine, Inde et Iran. La compression fait généralement appel à des feuilles de non-tissé, ou mat, composées de fibres végétales seules, ou en mélange avec des fibres synthétiques. Le procédé est aujourd'hui bien connu, et l'on sait qu'il ne convient pas aux pièces de grande taille, au design complexe, et qu'il génère beaucoup de déchets. . [42]

I.1.5.2 Le moulage par injection

Qui est avantageux par rapport au moulage par compression. C'est la technique qui progresse le plus pour les fibres végétales, en les associant à des thermoplastiques comme le PP, PEHD ou ABS. Elle convient bien aux pièces de structures et aux pièces techniques. . [42]

I.1.5.3 Le moulage par transfert de résine RTM

Technique utilisée généralement pour les résines thermodurcissables. Elle consiste en l'injection à basse pression en amont et/ou assistance du vide à l'aval, de résine liquide réactive (exemple : époxy/amine) dans un moule fermé contenant des assemblages de fibres. La pièce est ensuite polymérisée dans le moule, suivi éventuellement d'une post cuisson. Toutes les formes classiques de renforts (unidirectionnels, mats à fibres longues ou courtes ...) peuvent être utilisées en RTM. . [42]

I.1.6 Domaine d'application des composites

Les matériaux composites sont très utilisés dans des applications diverses et dans différents secteurs, on peut citer entre autre : le domaine aérospatial et naval, le bâtiment et les travaux publics, sport et loisirs et surtout dans l'industrie automobile qui présente la principale application.

Actuellement les matériaux composites à fibres naturelles sont entrain de pénétrer dans le secteur de l'industrie automobile pour la fabrication des composants non structuraux de véhicules tels que les tablettes arrière, les garnitures de portières ou les habillages de coffre, les dossiers de siège. Ils sont également utilisés dans la construction de bâtiments, dans l'emballage et dans les meubles. . [42]

I.1.7 Interface matrice-renfort dans un matériau composite

L'utilisation de fibres lignocellulosiques dans les matériaux polymères tend à se développer car elle permet de répondre à deux préoccupations : l'utilisation de matériaux

d'origine renouvelable et biodégradable et la valorisation de ressources agricoles, notamment pour les pays émergents. Les propriétés de ces matériaux composites sont bien évidemment intimement liées aux propriétés de chacun de leurs composants, mais également à l'interface fibre-matrice. En effet, il existe un problème récurrent de compatibilité entre les fibres hydrophiles et la plupart des matrices qui sont en général hydrophobes. Pour modifier et contrôler cette interface, il est possible d'agir soit sur la matrice polymère soit sur les fibres.

Pour ce qui concerne les fibres, des méthodes physiques : traitements thermiques, corona, plasma, et des méthodes chimiques : imprégnation, greffage, couplage ont été décrites. [42]

Il est naturel de penser que les performances des matériaux composites sont fonction des propriétés des constituants de base rentrant dans leur composition. Cependant, ceux-ci n'existeraient pas si les fibres et la matrice ne pouvaient s'associer. L'interface est le siège de cette association et constitue une véritable région stratégique capable d'assurer notamment le transfert des charges de la matrice aux renforts. Les caractéristiques de l'interface dépendent quant à elles de la qualité de la liaison fibre/matrice ce qui fait appel à la notion d'adhésion.

Par définition, l'adhésion est le phénomène qui crée l'adhérence. L'adhérence est l'état d'une chose qui colle, qui tient à une autre. Pratiquement, l'adhésion peut s'expliquer par la physico-chimie tandis que l'adhérence se mesure par des tests. D'un point de vue thermodynamique, l'adhésion est définie par la diminution d'énergie libre du système. [43]

I.1.8 Modifications des interactions à l'interface

Le caractère hydrophile des fibres naturelles est issu de la lignocellulose qui renferme beaucoup de groupements hydroxyles polaires. Ces fibres sont donc intrinsèquement incompatibles avec les thermoplastiques à caractère hydrophobe, comme les polyoléfinés. Les principales limites d'utilisation de ces fibres, comme renfort dans de telles matrices conduit à une faible adhésion interfaciale fibres-matrice, et la difficulté de mélange est principalement due à la faible mouillabilité des fibres avec la matrice cela conduirait à des composites de faible interface. [44, 45, 46,47]

Selon la littérature, beaucoup de tentatives ont été réalisées dans la modification de la caractéristique interfaciale fibre-matrice, en raison d'incompatibilité entre les deux phases, ces diverses méthodes de modification sont subdivisées en deux catégories :

- Méthodes de modification physiques
- Méthodes de modification chimiques

Ces traitements chimiques et physiques permettent d'avoir une grande amélioration de la stabilité dimensionnelle du bois mais ils présentent aussi un impact important sur d'autres propriétés telles que les propriétés mécaniques et les propriétés de mouillabilité. [48,45]

I.1.8.1 Modification physique

Parmi ces méthodes, on peut citer les traitements par décharge électrique (corona, plasmas froids) qui sont très efficaces sur les polymères non actifs comme les polyoléfines, les radiations lumineuses (α , γ et β) et les rayonnements UV. [49]

I.1.8.2 Méthodes chimiques

Ces méthodes ont pour but de rendre compatible la fibre et la matrice, par introduction d'un agent modifiant ou un agent comptabilisant qui permet l'association des fibres cellulosiques qui sont fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobes.

Diverses techniques de modification de surface, comme les réactions de silanisation, benzylation, estérification, ...etc. ont été rapportées pour améliorer l'affinité entre les fibres naturelles et les plastiques en facilitant la dispersion des fibres naturelles dans la matrice polymère et qui entraînent des interactions entre la fibre naturelle et la matrice. [50]

I.1.8.2.1 Imprégnation des fibres

L'imprégnation offre une meilleure combinaison de la fibre et du polymère. Les fibres sont imprégnées dans des solutions polymères ou par dispersion d'un polymère de faible viscosité qui sont, bien entendu, compatibles avec le polymère du composite WPC. La difficulté provient pour bon nombre de polymères du manque de solvants disponibles. Cependant l'imprégnation s'est avérée une solution intéressante dans le cas de composites bois/ polymère (WPC) à matrice PS ou PVC. [8]

I.1.8.2.2 Couplages chimiques

La méthode de couplage chimique est l'une des techniques de modification les plus importantes. Son principe repose sur la formation de ponts chimiques entre les fibres cellulosiques et le polymère synthétique. Les agents de couplage proprement dit se divisent en trois grandes catégories : les organiques, les inorganiques et les hybrides organiques-inorganiques. [8]

a) les agents de couplage organiques

Sont les plus utilisés pour les produits à base de bois. Ils disposent dans leurs structures moléculaires des groupes bis- multifonctionnels. Ces groupes fonctionnels tels que les iso

cyanates (-N=C=O), l'anhydride maléique, interagissent avec les groupes polaires (-OH) de la cellulose et de la lignine pour former des liaisons covalentes ou hydrogènes. [50]

a.1. Traitement aux anhydrides

Les anhydres sont très utilisés dans l'estérification de la fibre de cellulose, car ils s'avèrent être de bons agents de greffage des fibres cellulosiques. [51]

Les traitements aux anhydrides comme l'anhydride maléique (AM), l'anhydride succinique sont couramment utilisés dans les WPCs. Les anhydrides possèdent deux groupes fonctionnels. Les deux groupes carboxyles (-COO-) peuvent se lier à la fibre de bois par estérification ou liaison hydrogène. L'AM, quant à lui, contient, en plus des carboxyles, une double liaison carbone-carbone (C=C). Ceci permet d'augmenter grandement la réactivité à la greffe de la double liaison via un initiateur.

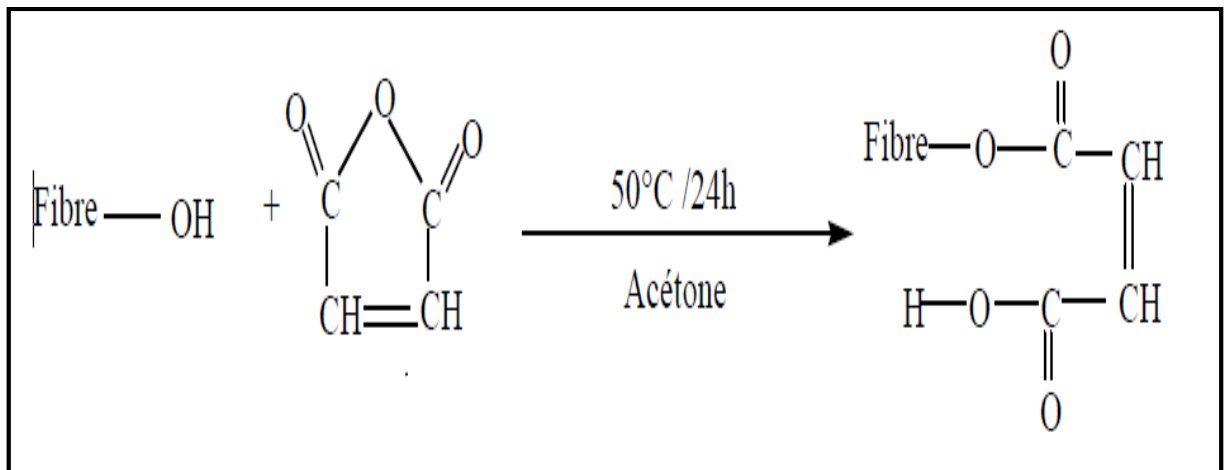


Figure I.10. Schéma de la réaction d'estérification entre l'anhydride maléique et les fibres cellulosiques. [52]

a.2. Traitement par benzylation

La benzylation est une importante transformation en synthèse organique. Le chlorure de benzoyle est plus souvent utilisé pour le traitement des fibres, il attribue à diminuer la nature hydrophile de la fibre et améliore l'interaction avec la matrice hydrophobe. [51]

La réaction entre les groupes hydroxyle cellulosiques de la fibre et le chlorure de benzoyle est présentée par la figure ci-après.

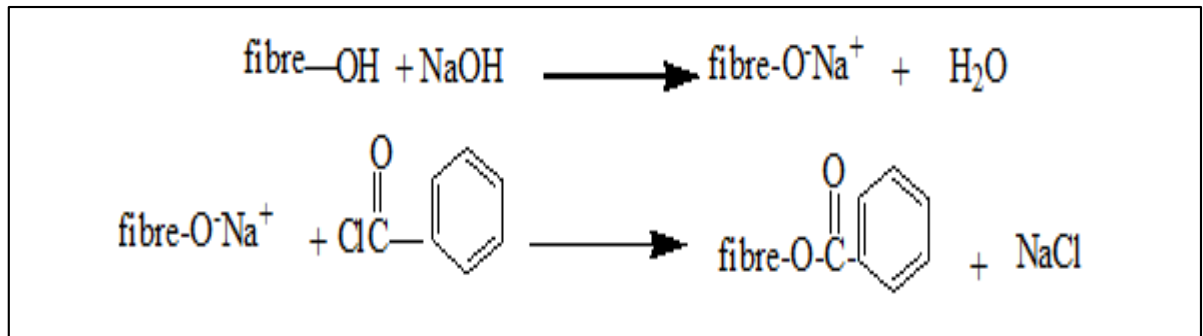


Figure I.11. Schéma de la modification chimique des fibres cellulosiques par benzylation. [51]

a.3. Traitement avec des polyoléfines maléatés: Agents comptabilisant

Parmi les agents de couplage organiques, les anhydrides comme l'anhydride maléique, l'anhydride acétique, l'anhydride succinique et l'anhydride phtalique sont les agents de couplage les plus utilisés pour les composites renforcés fibres de bois. [26]

Les agents de couplage maléatés sont largement utilisés pour renforcer les composites contenant des fibres naturelles, la différence avec d'autres traitements c'est que l'anhydride maléique n'est pas seulement utilisé pour modifier la surface de la fibre mais aussi la matrice polymère afin d'obtenir de meilleures liaisons covalentes. Ils sont aussi connus sous le nom d'agents comptabilisant. [51]

L'anhydride maléique est un composé carbonyle insaturé contenant une double liaison carbone-carbone ($-\text{C}=\text{C}-$) et deux groupements carboxylates ($-\text{COO}-$). Cette structure augmente considérablement la réactivité de la liaison carbone-carbone avec la matrice hydrophobe, résultant en une réaction ou une forte adhésion à l'interface (Figure I. 12). [26]

Le PP-g-MA est l'un des agents comptabilisant les plus utilisés dans le domaine des composites du fait qu'il offre de très bons résultats d'adhésion interfaciale entre les fibres végétales et les matrices thermoplastiques. [53]

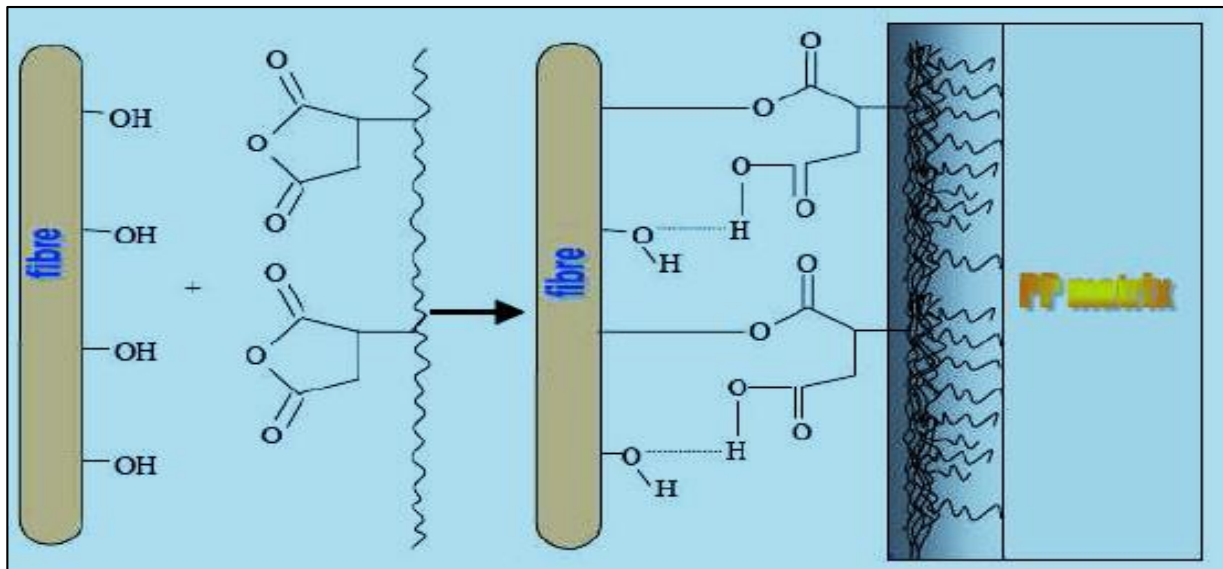


Figure I.12. Modification chimique de la cellulose pour comptabilisation avec la matrice PP. [26]

a.4. Traitement avec le permanganate de potassium

Il est effectuée en utilisant différentes concentrations de solution de permanganate de potassium (KMnO_4) dans de l'acétone avec une durée de 1 à 3 min après un prétraitement alcalin. Comme un résultat du traitement de permanganate, la tendance hydrophile des fibres est réduite, et ainsi, l'absorption de l'eau des fibres composite diminue avec l'augmentation de la concentration de KMnO_4 . La méthode au permanganate est indiquée comme l'une des meilleures méthodes pour améliorer la liaison à l'interface fibre-polymère. [54]

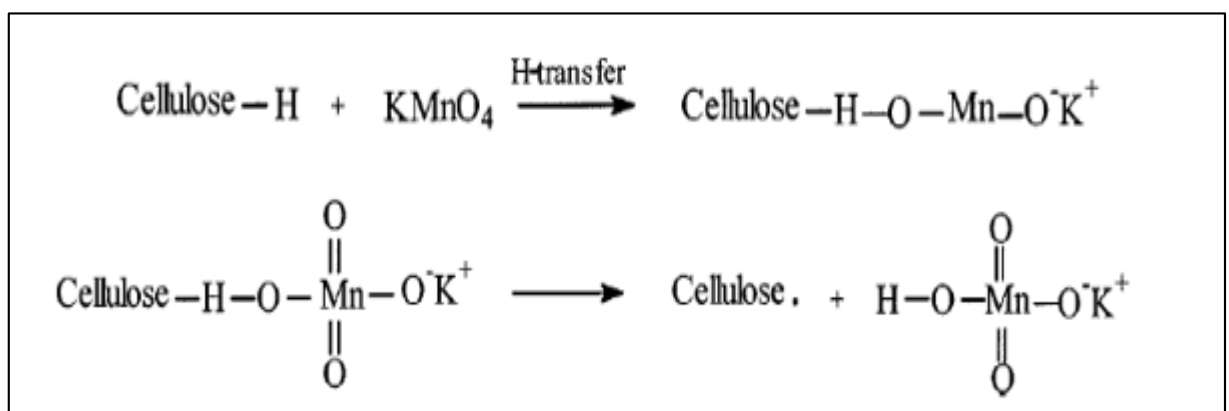


Figure I.13. Schéma de la modification chimique des fibres cellulosiques par le permanganate de potassium. [54]

b) Les agents de couplage inorganiques

Sont nettement moins importants dans les composites bois /polymère. On peut citer entre autre les silicates.

b.1.Imprégnation par des silicates

Le traitement du bois à partir de solutions alcalines de silicates de sodium ou de potassium induit à une diminution de la résistance à la flexion, attribuée à la forte basicité des solutions. Dans une autre étude, le traitement appliqué à du bois préalablement acétylé a conduit à une amélioration de la résistance au feu. [55]

c) Les agents de couplage organiques-inorganiques

Sont des composés à structure hybride dont la fonctionnalité organique régit l'efficacité de couplage. En particulier, les silanes, qui agissent comme un agent dispersif mais leur couplage permet aussi d'améliorer la stabilité thermique ou dimensionnelle de certains composites WPC. [8]

c.1.Traitement alcalin

Le traitement alcalin provoque interruption ou perturbation de la liaison hydrogène dans la structure du réseau et diminution de certaine quantité de lignine, de cire et des huiles qui couvrent la surface externe des murs de la cellule des fibres. [51]

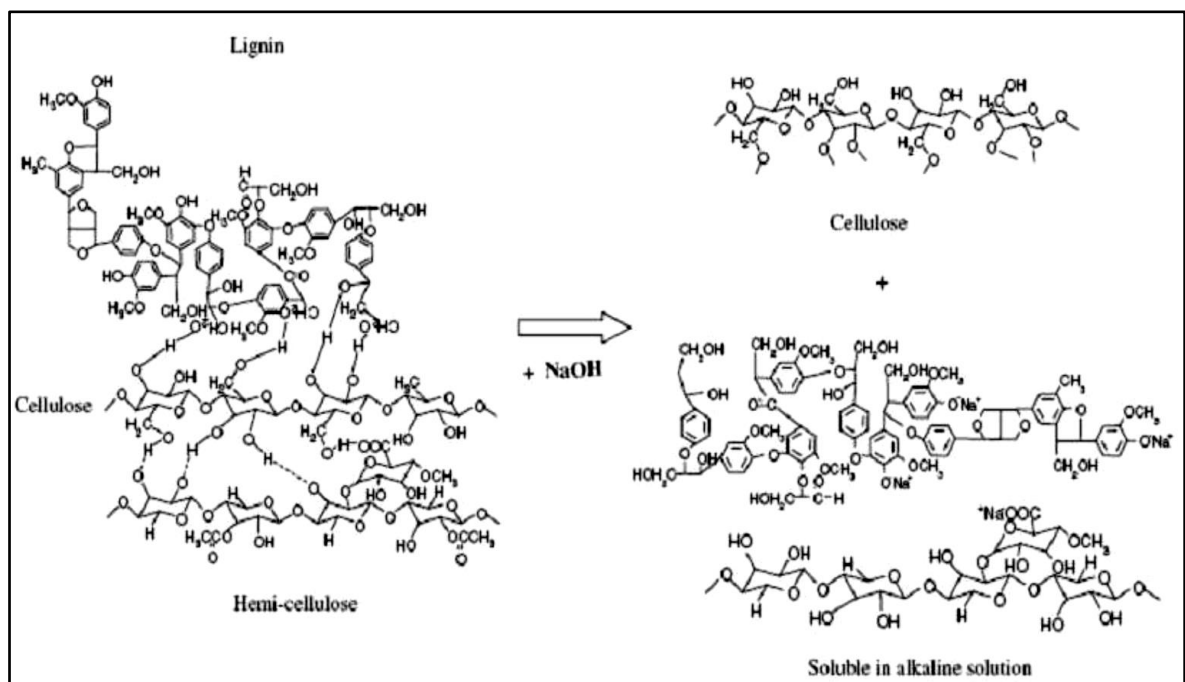


Figure I.14. Schéma du traitement alcalin des fibres cellulosiques. [26]

Après le traitement avec la soude, les fibres sont souvent traitées par du silane, de l'acide acétique, etc. afin de modifier la surface des fibres pour permettre aux fibres de mieux adhérer à la matrice de polymère. [26]

c.2.Traitements par les silanes

Le silane réduit le nombre de groupe hydroxyle de la cellulose à l'interface fibre-matrice. L'interaction entre la matrice et la fibre modifiée par les silanes est plus forte que lorsqu'elle est traitée par NaOH, ainsi, la stabilité thermique est améliorée. [51]

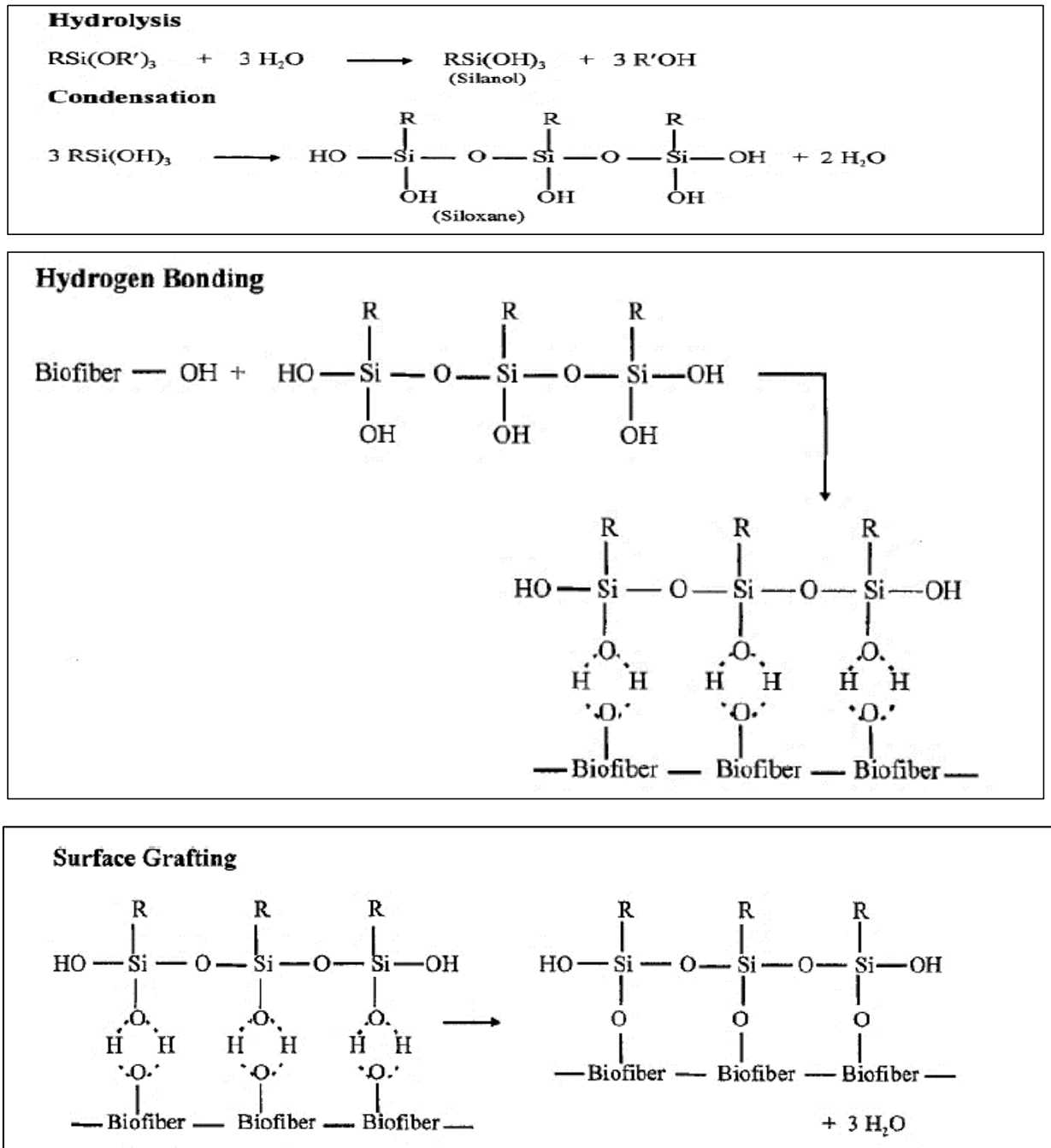


Figure I.15. Schéma de la réaction chimique du traitement par un alcoxyde de silicium fonctionnalisé. [26]

D'après cette réaction, en présence d'eau, les groupes alcoxy hydrolysables conduisent à la formation de silanol qui va réagir avec le groupe hydroxyle de la fibre en formant des liaisons covalentes stables. [52]

c.3.Traitement par acétylation

L'acétylation est une méthode plutôt attrayante pour modifier la surface des fibres naturelles et la rendre plus hydrophobe. Elle a été utilisée pour réduire le gonflement du bois dans l'eau et a été étudiée plus que toute autre réaction chimique des matériaux lignocellulosiques. Le principe de la méthode est de faire réagir les groupes hydroxyles (-OH) de la fibre avec les groupements acétyles (CH₃CO-), et donc de rendre ainsi la surface de la fibre plus hydrophobe. Les groupes hydroxyles qui réagissent sont ceux des constituants mineurs de la fibre, c'est-à-dire la lignine et les hémicelluloses, et ceux de la cellulose amorphe. Les groupes hydroxyles des régions cristallines de la fibre sont étroitement compactés grâce à des liaisons intermoléculaires fortes, et sont inaccessibles aux réactifs chimiques. [20]

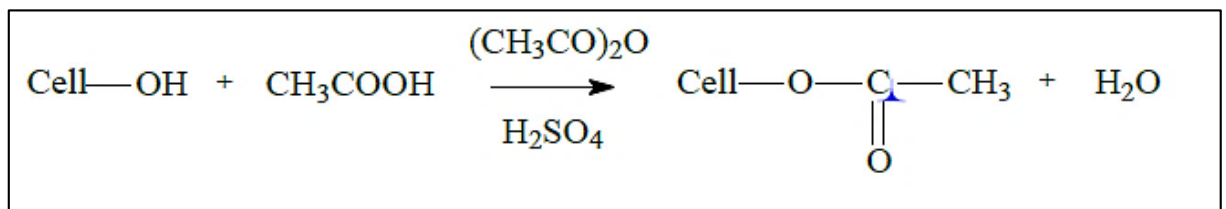


Figure I.16. Schéma de la réaction d'acétylation avec un catalyseur acide. [26]

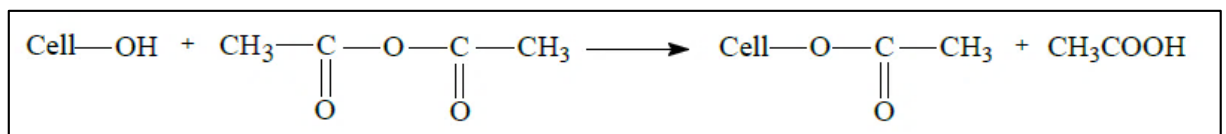


Figure I.17. Schéma de la réaction d'acétylation sans catalyseur acide. [26]

I.1.9 Conclusion

Le présent chapitre met l'accent sur la ressource lignocellulosique employée comme charge ou renfort dans un matériau composite à base de matrice polymère. Cette ressource végétale constitue une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et dispose de nombreuses qualités techniques élevées. Les plus utilisées sont les fibres libériennes, comme le kénaf, le jute... Différents traitements de cellulose et de fibres sont proposés afin de faciliter cette union au sein du composite fibre/matrice. [42]

Dans tout matériau composite, il est préférable que la matrice et le renfort soient compatibles et aient des propriétés complémentaires. Comme les fibres naturelles sont rarement compatibles avec les résines thermoplastiques, des modifications de l'un ou de l'autre voire des

deux composants s'avèrent nécessaires. Généralement, les modifications portent plus sur les fibres que sur la matrice. Ces différents traitements apportent le plus souvent des propriétés assez avantageuses aux fibres naturelles (propriétés barrières, énergie de surface abaissée, etc.) et permettent d'établir quelquefois de véritables liaisons covalentes entre fibres et matrice.

Dans ce qui suit, nous présenterons une description des différentes méthodes de modifications de surface du renfort fibreux. Nous examinerons leurs principaux effets physico chimiques ainsi que leurs apports sur les propriétés physico mécaniques et thermiques du matériau composite final. Enfin, nous mettrons l'accent sur la nature du traitement choisi et utilisé au cours de ce travail. . [55]

CHAPITRE II

Revue de littérature

REVUES DE LITTERATURE

Les composites renforcés par les fibres naturelles ont reçu une attention considérable dans la communauté de chercheurs. La production des matériaux à base de fibres naturelles pour remplacer les produits à base de pétrole n'est pas une meilleure solution économique. Une solution la plus viable serait de combiner le pétrole et les bio-ressources pour développer un bon rapport coût-efficacité des produits avec des applications diverses. La demande des composites renforcés par les fibres naturelles a été étendue à tous les domaines.

Le caractère hydrophile des fibres naturelles est issu de la lignocellulose qui renferme beaucoup de groupements hydroxyles polaires. Ces fibres sont donc intrinsèquement incompatibles avec les thermoplastiques à caractère hydrophobe, comme les polyoléfinés. Les principales limites d'utilisation de ces fibres comme renfort dans de telles matrices conduit à une faible adhésion interfaciale fibre-matrice, et la difficulté de mélange est principalement due à la faible mouillabilité des fibres avec la matrice. Cela conduirait à des composites à faible interface. C'est dans ce contexte que beaucoup de travaux de recherche ont été menés pour tenter de diminuer l'hydrophilie des charges naturelles, et par conséquent une diminution d'affinité vis-à-vis de l'eau et l'augmentation de la compatibilité avec les polymères hydrophobes. On peut citer ceux de :

A.K.Beldzki et al. (2007) [57] ont étudié les composites en polypropylène renforcés par les fibres d'abaca et les comparer avec les composites PP/fibre de jute et PP/fibre de lin. Ils ont utilisé différents taux de charge (20, 30, 40, 50 % en poids). Après examen des propriétés mécaniques des différents composites élaborés, pour un taux de charge inférieure à 40 % la résistance de traction et de flexion augmentent. Au-delà de ce taux l'effet inverse a été constaté. Les essais de choc ont été également effectués et la même tendance a été observée.

Après incorporation d'un agent de couplage (PP-g-MA) aux différents composites, les résistances à la traction et de flexion augmentent de 30 % à 80% pour les différents taux de charge et cela est dû à une amélioration de l'adhésion interfaciale entre les différentes fibres et la matrice PP. Ils ont constaté aussi que les composites PP/fibre de jute fournissent de meilleurs résultats en termes de résistance à la traction et de flexion, par contre le composite PP/fibre d'abaca a révélé de meilleures résistances au choc comparé aux composites PP/jute et PP/lin.

Steven Spoljaric et al. (2009) [58] ont essayé de mettre en valeur la compatibilité et les propriétés des composites PP/cellulose (CMC). Les résultats ont montré que la stabilité thermique de PP était légèrement améliorée de 2°C en augmentant le taux de CMC. L'ajout de PP-g-MA a augmenté la stabilité thermique de PP de 10°C et a abaissé le taux de perte de masse

résultant une dégradation au-dessus d'une gamme de température plus large et plus élevée. Le module de Young des composites a augmenté avec l'incorporation de PP-g-MA en augmentant la compatibilité ainsi permettant un plus grand transfert de contraintes fibre-matrice.

Nguyen Tri Phuong et al. (2008) [59] ont étudié le rôle du processus de traitement de surface sur les propriétés mécaniques du composite PP/fibre de bambou vietnamienne. Ils ont montré que l'ajout d'un agent compatibilisant de type polypropylène greffé avec l'anhydride maléique (PP-g-MA) dans la formulation permet d'améliorer la dispersion des renforts dans la matrice du PP. Son rôle prépondérant est bien connu, en effet, il crée des interactions type liaisons hydrogène au niveau de la surface des fibres de bambou. Ils ont constaté que les contraintes à la rupture des composites, dans tous les cas, augmentent avec l'addition de l'agent compatibilisant. Quand on ajoute 10% en masse de PP-g-MA, la résistance au choc et la contrainte à la rupture augmente respectivement d'environ 12% et 10 %.

A.L. Leon (2008) [60] : a préparé les composites PP/ fibres de jute et de sisal. L'étude a montré qu'au-delà de 40% de fibre de jute et de 70% pour la fibre de sisal, les propriétés mécaniques des composites diminuent.

Valdez-Gonzlez (1999) [61] a couplé deux traitements chimiques sur des fibres de Henequen. Ils ont d'abord traité les fibres dans la soude à 2% puis une salinisation avec vinyl tri (2-méthoxy-éthoxy) silane. La résistance à la rupture des composites a été améliorée de 15%.

Sonia M.B. Nachtigall et al. (2007) [62] leur étude consiste à évaluer la possibilité d'utiliser le polypropylène fonctionnalisé par le vinyl tri éthoxy silane comme agent de couplage en vue de préparer des composites PP/FB, et faire par la suite une étude comparative avec ceux obtenus par un agent de couplage usuel qui est le PP-g-MA. Les deux agents de couplage ont été élaborés en utilisant la même concentration de silane et l'anhydride maléique, en présence de peroxyde d'hydrogène (DCP). La détermination du degré de fonctionnalisation a indiqué que le silane montre une plus forte réactivité avec le polymère. Ils ont aussi observé que les deux agents de couplage améliorent les propriétés des composites. Cependant, les composites issus du PP modifié avec le silane donne de meilleures résistances à la traction, de faibles absorptions d'eau et une morphologie beaucoup plus homogène que les composites préparés avec le PP modifié par l'anhydride maléique. Les profils de dégradation thermique des deux composites étaient similaires, suivi d'une augmentation de la stabilité thermique de 50 °C comparée aux composites non traités.

BelaPukanszky et al. (2007) [63] ont étudié l'effet de l'agent compatibilisant sur les différentes propriétés des composites à base de polypropylène chargé avec de la farine de bois. A

cet effet, ils ont utilisé le PP-g-MA à différents poids moléculaires, un taux de charge de la farine variant de 0 à 70 % en poids et un rapport PP-g-MA/FB d'environ 0-0,25. Après examen de différentes analyses effectuées, ils ont pu conclure que les phénomènes structuraux les plus importants qui déterminent les propriétés des composites sont l'orientation anisotrope des particules de la FB et leurs agrégations. Ils affirment aussi que l'efficacité de l'agent compatibilisant est optimale aux environs de 0.05 à 0.1 (PP-g-MA/FB). De plus, l'ajout du PP-g-MA dont le poids moléculaire élevé est plus avantageux dans l'amélioration de la résistance des composites (contrainte de déformation très importante), parce qu'il peut former un plus grand nombre d'enchevêtrements par molécule que le PP-g-MA à faible poids moléculaire. L'agent compatibilisant à faible poids moléculaire diminue la viscosité et améliore considérablement la processabilité.

Zita Dominkovics et al. (2007) [64] ont étudié la modification de surface de la farine de bois par benzylolation dans une solution sodique à 20 % en poids. Les résultats ont montré que cette modification réduit fortement la tension superficielle de la FB ce qui a mené aux changements cruciaux de toutes les interactions entre la farine de bois et la matrice (PP), et que toutes les propriétés mécaniques mesurées des composites ont légèrement diminué avec l'augmentation du degré de modification. Ils ont apporté également que cette modification chimique améliore la processabilité et l'aspect extérieur des composites et diminue considérablement l'absorption d'eau de ces derniers.

C. Panayiotou et al. (2005) [65] ont évalué l'effet du traitement chimique de trois matériaux lignocellulosiques (farine de bois, farine de grignon d'olive, farine de déchet de papier) en vue de préparer des composites biodégradables. Le traitement chimique a été effectué au moyen de deux agents de couplage : l'anhydride acétique et l'anhydride propionique, en se basant sur une réaction d'estérification. La composition des farines a été déterminée. Selon leurs résultats, la farine de bois et la farine de grignon d'olive sont avérées lignocellulosiques, alors que la farine de déchet de papier est fondamentalement cellulosique. La modification chimique des farines par l'acétylation et la propionylation a été effectuée. La réaction d'estérification a été confirmée par l'analyse IRTF. Le taux de la réaction d'estérification a été évalué par titration. Ils ont trouvé que le taux des groupements esters augmente avec l'augmentation du temps de réaction dont ils estiment que le temps maximal de réaction était de deux heures à 120°C. Mais aussi, le taux de groupement ester était plus important dans le cas d'acétylation que dans la propionylation en raison de la plus grande réactivité des groupes d'acétyle par rapport aux propioniques. L'estérification a diminué l'hydrophilie des matériaux comme indiqué par la

réduction du taux d'humidité, alors que la stabilité thermique a légèrement diminué, ce qui est dû à la dégradation des groupes d'acétyle et de propionyl. L'effet du traitement chimique sur la cristallinité a été analysé par la DRX, ils ont constaté que les deux traitements ont mené à la réduction de l'indice de cristallinité.

Bullions et al. (2006) [66] se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques des matériaux composites PP/ fibre de papier kraft recyclé mélangé à des fibres de papier journal recyclé ou fibres de kénaf. La substitution de 10% des fibres de papier journal avec les fibres de kénaf n'a aucune influence sur la contrainte à la rupture des composites. Cependant une substitution complète des fibres de papier kraft par les fibres de papier journal recyclé a causé une diminution de 7% de la contrainte à la rupture, ce phénomène est aussi observé lorsque deux-tiers de la fibre de papier kraft recyclé sont remplacé par la fibre de papier journal, ce résultats est due à la forte résistance des fibres de papier kraft comparée avec celle de la fibre de papier journal. Cependant il s'est avéré que l'incorporation de la fibre de papier journal améliore les propriétés de flexion du polypropylène.

Liu et al. (2007) [67] se sont intéressés à l'étude des propriétés micromécaniques des composites PP/fibre de jute, la surface des fibres a été modifiée avec un traitement alcalin, aux silanes et un traitement alcalin plus le PP-g-MA en émulsion. Les modifications de la surface extérieure des fibres de jute se sont avérées très efficaces dans l'amélioration de l'adhérence fibre-matrice. Il a été démontré que le traitement avec NaOH enlève les cires et les substances grasses et apporte un changement et une amélioration non seulement de la topographie extérieure mais également de la distribution du diamètre. En conséquence, les propriétés mécaniques telles que les résistances à la traction, au cisaillement, et à la flexion des composés ont augmenté après traitement, tandis que la résistance au choc a légèrement diminué.

Vilasecaet al. (2008) [68] ont mené une étude sur l'effet de l'incorporation du papier kraft recyclé sur les propriétés du polypropylène. Les fibres cellulosiques ont contribué à l'amélioration de la contrainte à la rupture, par exemple pour un taux de charge de 40% ils ont enregistré une amélioration de l'ordre de 24% de cette propriété. Cependant la présence d'un agent comptabilisant (PP-g-MA) a permis d'avoir de meilleurs résultats. Ces résultats ont été confirmés par le MEB.

Nourbakhsh et al. (2010) [69] ont procédé à une étude sur les propriétés mécaniques, morphologiques et thermiques des composites PP/cellulose microcristalline/farine de bois, en présence d'un agent compatibilisant (PP-g-MA). Les résultats suivants ont été tirés de cette étude : Les propriétés mécaniques des composites contenant l'agent comptabilisant sont

supérieures à celles des composites non traitées, cela est dû aux fortes liaisons interfaciales entre la fibre cellulosique et la matrice polymère. L'analyse morphologique a également montré une bonne adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice en présence de l'agent comptabilisant. La stabilité thermique des composites était remarquablement améliorée par rapport au PP vierge. En effet la température de début de dégradation thermique a augmenté en présence de l'agent comptabilisant.

Md. Nazrul Islam et al. (2010) [70] : ont étudié les propriétés physico-mécaniques des composites polypropylène/fibre de noix de coco. Pour cela ils ont élaboré des composites PP/fibres non traitées et traitées par le sel o-hydroxy benzène diazonium.

Les propriétés mécaniques des composites préparés à partir des fibres de noix de coco chimiquement traitées s'avèrent plus importantes comparées à celles des composites préparés à base des fibres non traitées. Les résultats obtenus à propos des propriétés mécaniques étudiées dans ce travail sont :

- ❖ La résistance à la traction des composites PP/fibres de noix de coco non traitées et chimiquement traitées a montré une tendance décroissante avec l'augmentation du taux de renfort, mais reste toujours meilleure pour les composites traités
- ❖ La résistance à la flexion, le module de flexion et la dureté des composites traités s'avèrent beaucoup plus importants que ceux des composites à base des fibres non traitées.
- ❖ Les résultats du test d'absorption d'eau montrent que la quantité d'eau tiède (25°C) ou chaude (75°C) absorbée par les composites PP/fibres traitées est inférieure à celle absorbée par les composites PP/fibres non traitées et cela peut être expliqué par la réduction du caractère hydrophile des fibres par le traitement chimique.
- ❖ amélioration de l'adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice avec le traitement chimique, d'où l'amélioration des propriétés mécaniques et diminution du taux d'absorption d'eau. Ceci est soutenu par les images de la microscopie électronique à balayage.

Ada Ruth Bertoti et al. (2009) [71] ont étudié l'effet de l'acétylation en phase vapeur et le mercerisage des fibres de canne à sucre sur leurs propriétés. L'effet des traitements chimiques sur les fibres est étudié par différents tests tels que la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et l'analyse thermogravimétrique (ATG). Les résultats trouvés sont les suivants :

- La longueur et le diamètre des fibres ont été réduits après modifications chimiques.
- La stabilité thermique mesurée par l'analyse thermogravimétrique (TGA) et

l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) a augmenté après l'acétylation et diminue après mercerisage.

- Diminution de la résistance à la traction de la fibre acétylée due à sa fibrillation.
- Augmentation de la porosité des fibres par l'acétylation ce qui facilite la migration des chaînes de polymère dans la structure des fibres, et se traduira par une augmentation de l'adhésion entre la fibre et la matrice.
- Diminution du caractère hydrophile des fibres après acétylation.

S.M. Luz et al. (2008) [72], ont étudié l'effet de l'acétylation de la cellulose sur les propriétés mécaniques et thermiques des composites Polypropylène (PP)/cellulose. Durant ce travail, la cellulose est modifiée chimiquement par acétylation et l'effet de cette modification sur les interactions entre la cellulose et le PP a été étudié. L'efficacité de la modification chimique et les aspects morphologiques des fibres ont été vérifiés par l'analyse spectrale IRTF et par la microscopie électronique à balayage (MEB) respectivement. L'influence du taux de fibres modifiées dans les composites est étudiée par les tests mécaniques (traction, cisaillement et flexion) et thermiques (analyse thermogravimétrique et analyse calorimétrique différentielle).

Les résultats obtenus sont les suivants :

- La réaction d'acétylation est mise en évidence par l'IRTF qui a montré l'apparition des groupements acétyles et réduction des groupements hydroxyles.
- La microscopie électronique à balayage a prouvé que l'acétylation a changé la morphologie de la cellulose, ayant pour résultat la diminution des propriétés mécaniques, probablement en raison du nouvel aspect morphologique.
- La caractérisation thermique des composites PP/cellulose et PP/cellulignine non traités et traités a présenté une stabilité intermédiaire entre la matrice et la fibre.
- Les résultats de la DSC ont indiqué que les composites sont plus cristallins que le PP vierge.
- L'addition des fibres non traitées et traitées à la matrice a eu comme conséquence des composites avec une résistance à la traction inférieure à celle du PP.
- Augmentation du module de Young des composites PP/cellulose et PP/cellulignine par rapport au PP vierge, cette augmentation est plus remarquable pour un taux de renfort égale à 20% et cela est dû à l'augmentation de la rigidité de ces composites.
- Réduction du module de Young des composites après acétylation des fibres.
- La résistance à la flexion des composites est plus élevée que celle du PP. Cette propriété a été diminuée par le traitement chimique.

Shakeri et al. (2009) [73] ont étudié l'absorption d'eau des composites PP/ mélange de fibres de verre et fibres de papier journal recyclées. Le taux d'absorption d'eau augmente avec l'augmentation de la fibre cellulosique et le même résultat est constaté lors de l'introduction des fibres de verre aux composites PP/ fibre cellulosique. Ce résultat suggère que l'absorption d'eau diminue avec l'augmentation du taux des fibres de verre. Le caractère hydrophile des fibres de papier journal est responsable de la forte absorption d'eau des composites. Quand la quantité de fibre augmente dans le composite, le nombre de groupements OH libre de la fibre cellulosique augmente et par conséquent l'absorption d'eau augmente.

Des travaux de *Yasemin Bulut et Aysun Aksit (2013)* [74] ont été effectués afin d'améliorer l'adhérence interfaciale entre les fibres de jute et polypropylène par un traitement d'oxydation : Les fibres de jute ont été traitées avec le dichromate de potassium (PD), le permanganate de potassium (PM) et le perborate de sodium tri hydraté (SP). Les analyses FTIR et XPS confirment la modification de fibres de jute. Il a été aussi observé que la proportion des groupes O = C a augmenté, tandis que celle des groupes O-H diminue après modifications oxydatives. Les résultats de la résistance à la traction et le module d'élasticité ont diminué après traitements d'oxydation, alors que PD, PM et SP améliore les valeurs interfaciales de résistance au cisaillement de 25, 61 et 71%, respectivement. Seul un traitement de SP influence l'adsorption d'humidité. Selon les résultats obtenus à partir de méthodes de caractérisation de surface et des tests physiques, la plus haute adhérence interfaciale avec une meilleure compatibilité avec du polypropylène était réalisée après le traitement de SP en fournissant la plus haute valeur de rugosité de surface et le caractère hydrophobe de la fibre de jute.

CHAPITRE III

*Matériaux utilisés et
techniques
expérimentales*

Ce présent chapitre donne un aperçu sur :

- Les matériaux utilisés dans cette étude,
- Les méthodes et les étapes de modification chimique de papier carton,
- Les procédures expérimentales employées pour l'élaboration des composites,
- Les techniques de caractérisation de papier carton et des composites.

III.1 Présentation des produits utilisés

III.1.1 Le Polypropylène

Dans notre travail nous nous sommes intéressés à l'étude des composites à base d'une matrice en polypropylène. Le choix de cette matrice est justifié par le fait que le polypropylène est un polymère de grand tonnage et présente d'excellentes propriétés en raison de ses bonnes propriétés et de son importante production mondiale. Le polypropylène utilisé est un homopolymère de structure isotactique fourni par la société ALL PLAST de la zone industrielle Taharacht Akbou (Bejaïa), dont les propriétés mécaniques du polypropylène isotactique 100-GA03 sont résumées dans le tableau III.1. [6]

Tableau III. 1. Les propriétés mécaniques du polypropylène isotactique 100-GA. [6]

Propriétés	Caractéristiques	Valeur nominale	Méthode de test
Aspect	Granulés blancs	-	-
Propriétés physiques	Indice de fluidité à chaud à (230°C/2.16 Kg)	3.0 g/10 min	ISO 1133
Propriétés mécaniques	Résistance à la traction	35.0 MPa	ISO 527-1,-2
	Module de flexion (23°C)	1450 MPa	ISO 178
	Résistance aux chocs	4.00KJ/m ²	ISO 18/1A
Propriétés thermiques	Température de Ramollissement	156°C	ISO 306
	Température de fusion	163°C	-

III.1.2 La charge utilisée

Le papier carton 67% est la charge utilisée dans la préparation ; il a été récupéré dans l'un des magasins. Cette matière étant un déchet qu'est jeté généralement dans la nature ou incinérer causant des dégâts pour l'environnement. La composition chimique de cette charge est représentée dans le tableau ci-dessous :

Tableau III. 2. Composition chimique de papier carton.

Molécule	Composition %
Holocellulose	65
Lignine	17.6
Cendres	11.5

III.1.3 Réactifs

Les différents réactifs utilisés pour la modification chimique de papier carton sont les suivants :

III.1.3.1 Le Permanganate de potassium

Le permanganate de potassium est un sel inorganique de formule chimique KMnO_4 . Ce composé est également connu sous le nom de "cristal de Condé". Le permanganate de potassium est un oxydant très puissant qui est utilisé comme réactif oxydant dans un grand nombre de réactions chimiques en laboratoire comme dans l'industrie. Il peut être utilisé comme réactif pour la synthèse d'un grand nombre de composés organiques différents. Une solution diluée de KMnO_4 , utilisée à froid, permet par exemple de convertir un composé organique possédant une double liaison carbone-carbone en diol. Des solutions plus concentrées permettent d'oxyder un groupement méthyl sur un anneau aromatique en groupement carboxyle. Le permanganate de potassium à chaud permet d'oxyder la plupart des composés organiques. À l'état solide, il se présente sous la forme de cristaux violets. Lorsqu'il est dissous dans l'eau, il forme une solution aqueuse violette. C'est un composé sans odeur, et au goût amer. [74]

Tableau III. 3. Caractéristiques de permanganate de potassium. [74]

Formule chimique	KMnO_4
Température de fusion	Se décompose au-dessous du point de fusion à 240 °C
Masse moléculaire	158.03 g/mol
Masse volumique	2,7 g·cm ⁻³
Solubilité	Soluble dans l'eau à 20 °C : 64 g·l ⁻¹ Soluble dans l'acétone, l'acide acétique glacialet le méthanol

III.1.3.2 Acétone

L'acétone est un solvant très utilisé dans l'industrie et en laboratoire car elle a l'avantage de solubiliser de manière particulièrement rapide de nombreuses espèces organiques et parce qu'elle est miscible avec l'eau. L'acétone est un liquide transparent, inflammable, d'odeur caractéristique (plutôt fruitée) et elle est le dérivé le plus simple de la série des cétones aliphatiques et la présence de la double liaison carbone-oxygène lui confère l'essentiel de sa réactivité, c'est un solvant aprotique polaire. [75]

Tableau III. 4. Caractéristiques de l'acétone [75]

Formule chimique	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$
Masse moléculaire	58,08 g/mol
Température de fusion	-95,4 °C
Température d'ébullition	56,53 °C

III.1.3.3 PP –g- MA

Le PP-g-MA utilisé est produit par l'entreprise « Arkema » le PP-g-MA est un agent de couplage chimique utilisé dans les composites à matrice polypropylène. Il assure généralement la modification de la polarité des polyoléfines. A travers ces modifications, ce dernier crée des effets couplés entre la matrice polyoléfine et les différents renforts, comme les fibres cellulosiques, les fibres de verre...etc. [76]

Tableau III. 5. Caractéristiques du PP-g -MA. [76]

Modification	PP-g -MA
Indice de fluidité	2,63 g/10min
Densité	0,9 g/cm ³
Couleur	Granulés blanc-jaune pâle

III.2 Modification chimique de papier carton par le permanganate de potassium

Le papier carton a subi un traitement par le permanganate de potassium, Cette modification chimique a été effectuée selon le protocole expérimental suivant :

Les prétraitements avec le permanganate de potassium sont effectués en utilisant différentes concentrations de solution de permanganate de potassium (KMnO₄) dans l'acétone. Le prétraitement consiste à plonger les fibres de papier carton dans la solution de permanganate à des concentrations de 0,02 ; 0,06 ; 0,1 ; 0,5 et 1% dans 250 ml de l'acétone pendant 3 min.

Le mélange est filtré, lavé par l'eau distillée puis séché à température ambiante pour être enfin broyé. Ce protocole expérimental a été tiré du travail de S. Kalia et al. [77] et Y. Bulut et al. [73]

Les montages de la modification chimique avec le KMnO₄ est illustré sur la figure III.1.

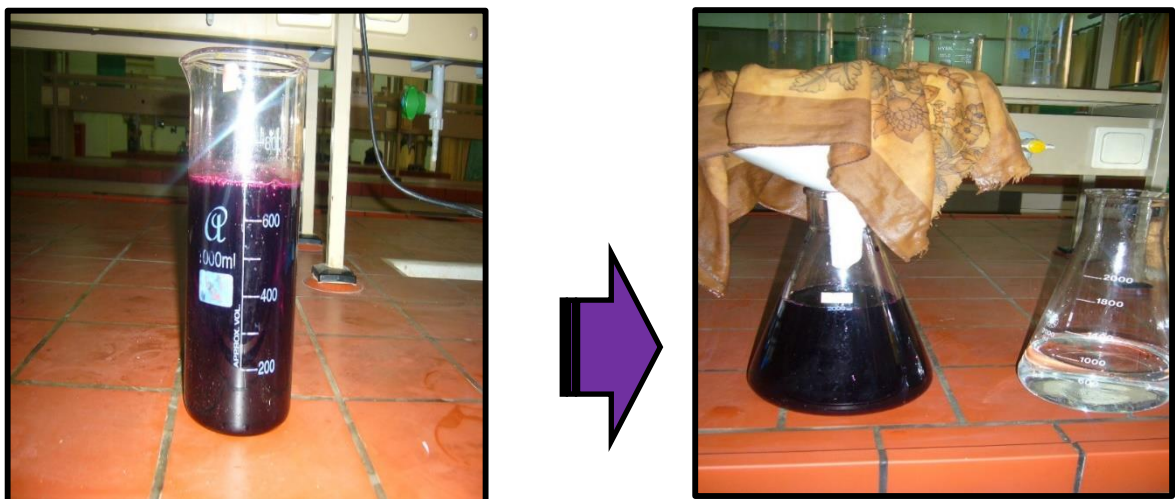


Figure III. 1. Photographies du montage de la modification chimique avec le KMnO₄

III.3 Composition chimiques des fibres de papier carton

III.3.1 Teneur en cendre

10g des fibres séchées sont chauffées jusqu'à 900°C pendant 24h dans un four à moufle, puis refroidi jusqu'à T_p ambiante. Le résidu est pesé pour déterminer la variation du poids des fibres. [78]

$$\% \text{ cendre} = (W_2 - W_1) * 100 \dots\dots\dots (\text{III.1})$$

Avec :

W_1 et W_2 : sont des masses des fibres avant et après traitement.

III.3.2 Teneur en lignine

2g des fibres sont agitées dans une solution contenant 40% de H_2SO_4 à 72% pendant 2h. Repérer avec un marqueur 1540 ml l'èrlen du 2L et le remplir avec 1L d'eau distillée et ajouter le mélange pâteux. Faire bouillir la solution pendant 4h. Laisser reposer 1 mn. Le résidu est ensuite filtré et lavé, séché à 185°C et pesé.[78]

III.3.3 Teneur en Holocellulose

2g de fibres sont mises dans une fiole contenant 160 ml d'eau distillée, 20 ml d'une solution de chlorite de sodium à 34g/l et 20 ml d'une solution tampon pH 4,9 cette fiole est chauffée au bain marie maintenu à 70°C-80°C durant 2h sous agitation. Refroidir ensuite sous un courant d'eau froide, Filtré et lavé, séché à 105°C pendant 24h. [78]

$$\% \text{ Holocellulose} = (W_1 - W_2) * 100 \dots\dots\dots (\text{III.2})$$

Avec :

W_1 et W_2 : sont les masses de fibres avant et après traitement

III.4 Caractérisation de la fibre de papier carton

III.4.1 Caractérisation spectroscopiques

III.4.1.1 FTIR

La spectroscopie *IRTF* est une technique d'analyse à la fois qualitative et quantitative, elle est exploitée dans l'identification des groupements fonctionnels, caractérisés par des bandes de vibration. L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre transformé de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'ondes auxquelles le matériau absorbe et les intensités de l'absorption. C'est un outil efficace pour étudier la modification de

structures des polymères résultant de traitements chimiques, de dégradation ou de vieillissement de diverses origines [79]. Les spectres sont enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre de modèle SHIMADZU FTIR-8400S, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution 4 cm⁻¹, une région spectrale de 4000 cm⁻¹ à 400 cm⁻¹. L'analyse est faite sur des échantillons sous forme de poudre, ainsi qu'une pastille préparée sous une pression de l'ordre de 90 KN d'un mélange constitué de 0.08g de KBr et 0.002 g de l'échantillon à caractériser.

Des pastilles de mélange **KBr-PC** ont été analysées dans le but de confirmer la réaction de permanganate de potassium avec les groupements hydroxyles de papier carton et la formation des différents groupements (MnO⁻³) sur la surface de papier carton. [76]

L'absorption infrarouge étant régie par la loi de Beer-Lambert :

$$A = \varepsilon . L . C \dots \dots \dots (III.3)$$

Avec :

C(en mol.m⁻³) : Concentration de l'espèce absorbante

L(en m) : Longueur du trajet optique

ε (en mol⁻¹.m²) : Coefficient d'extinction molaire de l'espèce absorbée.



Figure III. 2. Schéma présent de FTIR

III.4.1.2 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse non destructive utilisée en général pour déterminer la composition minéralogique d'un échantillon. En effet, cette méthode n'est applicable qu'à des milieux cristallins. [6]

En raison de son utilisation facile et de sa disponibilité, la diffraction des rayons X est généralement très utilisée pour étudier la structure des composites ainsi que la position, la forme et l'intensité des différents pics permettant d'évaluer la structure des matériaux étudiés. [76]

La diffraction des rayons X consiste à mesurer l'intensité des rayons X diffractés par un matériau. Les analyses de diffraction des rayons X ont été effectuées sur un appareil de type X Pert ProPanalytical en utilisant la raie $K\alpha_1$ du cuivre de longueur d'onde $\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$.

Les diffractogrammes ont été enregistrés entre 0° et 50° (2θ) avec un pas de $0,01^\circ$. La loi de Bragg permet de déterminer l'ensemble des distances réticulaires d (distances entre plans de diffraction de l'échantillon en faisant varier l'angle d'incidence du faisceau).

$$n \cdot \lambda = d \cdot \sin. \theta \dots (III.4)$$

n : nombre entier positif, appelé ordre de diffraction

λ : longueur d'onde de rayon X

θ : angle d'incidence des rayons X

d : distance interfoliaire

Le taux de cristallinité est calculé comme suit :

$$T_c(\%) = \frac{A_c}{A_c + A_a} \times 100 \dots \dots \dots (III.5)$$

A_c : la surface engendrée par la phase cristalline, A_a : la surface engendrée par la phase amorphe.



Figure III. 3. Machine de diffraction des rayons X

Différentes méthodes physiques sont proposées dans la littérature pour déterminer le taux de cristallinité des fibres cellulosiques. Lors de cette étude, nous avons adopté deux méthodes dites : de corrélation et de Segal pour remonter au taux de cristallinité. Nous présenterons ici celle de Segal qui reste la plus usuelle.

III.4.1.2.1 Méthode de Segal

Cette méthode, très usuelle et facile à mettre en œuvre, reste la plus utilisée pour déterminer l'indice de cristallinité des fibres cellulosiques naturelles. Cet indice I_c , est déterminé d'après l'équation (III. 6), en utilisant les intensités des raies 002 (I_{002} , $2\theta = 22,4^\circ$), et 110 (I_{AM} , $2\theta = 18^\circ$) (Figure III. 4). I_{002} , représente à la fois le matériau amorphe et cristallin alors que I_{AM} représente seulement la partie amorphe. [42]

$$I_c = \frac{I_{002} - I_{AM}}{I_{002}} * 100 \dots \dots \dots (III. 6)$$

Cette méthode suppose que la contribution de la partie amorphe est la même pour les angles à 18° et à $22,4^\circ$, et que la cellulose cristalline ne contribue pas à l'intensité diffractée à 18° . Cette détermination de l'indice de cristallinité reste cependant discutable car elle ne prend en compte que les intensités des raies et non l'intensité intégrée des pics de diffraction. Cependant, cette méthode est largement utilisée et décrite dans de nombreux travaux. [42]

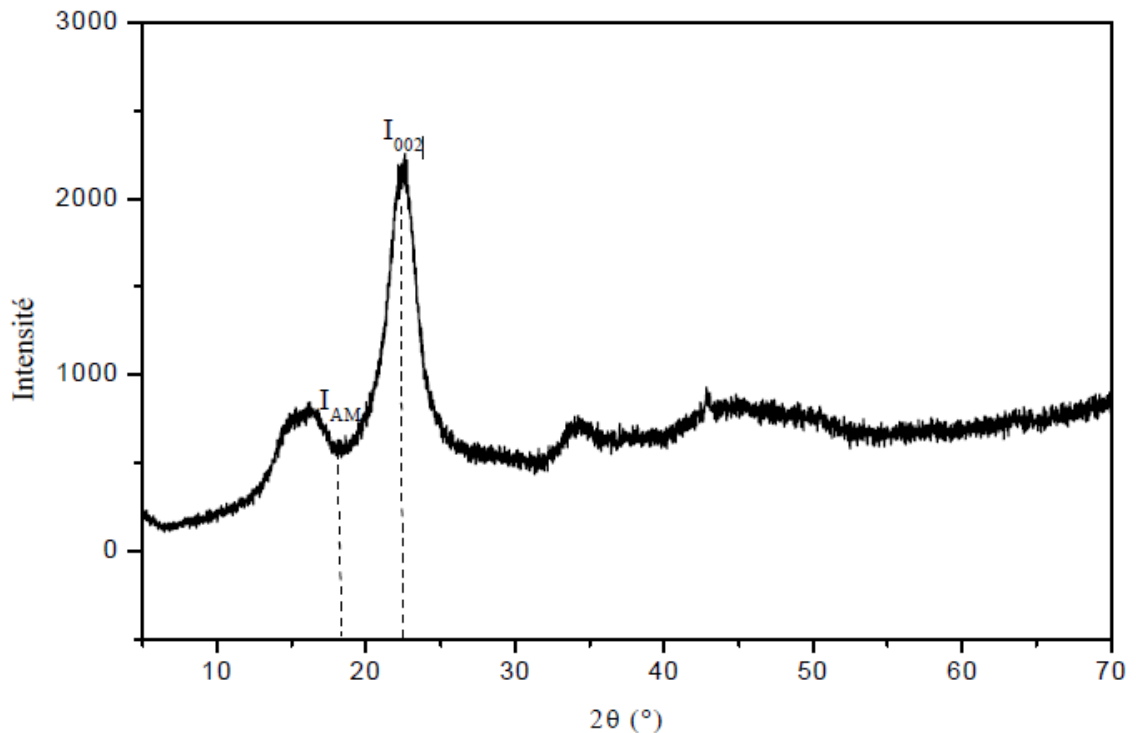


Figure III. 4. Diffractogramme type de la fibre de papier carton entre 10 et 70°. [12]

III.5 Élaboration des composites

La préparation des matériaux de notre travail est une étape très importante qui consiste à mettre en œuvre la matière première avec des procédés ajustés à des paramètres de mise en forme conditionnés selon la nature du matériau. Deux méthodes ont été utilisées dans ce travail, à savoir l'extrusion qui est un procédé classique de mise en forme des matériaux thermoplastiques et le moulage par injection

Dans cette présente étude plusieurs formulations à base de polypropylène papier carton traité avec 0,5% de KMnO_4 ou non traité et avec du PP-g-MA ont été préparés. La composition massique des différentes formulations est représentée dans le tableau ci-dessous.

Tableau III. 6. La composition massique des différentes formulations

Formulations	PP(%)	PCV(%)	PCM(%)	PP-g-MA(%)
F ₀	100	0	0	0
F ₁	90	10	0	0
F ₂	90	0	10	0
F ₃	85	10	0	5

III.5.1 Extrusion double vis

Les échantillons sont préparés à l'aide d'une petite extrudeuse double vis de laboratoire «DSM Micro 15cc TwinScrewcompounder » illustrée sur la Figure III.5. Trois capteurs de températures sont inclus dans l'appareillage. Cette machine est verticale et d'une capacité d'injection de 12 cm³. Ces paramètres sont ajustés selon la nature du thermoplastique utilisé et dans notre cas comme suit :

Tableau III. 7. Paramètres opératoires de l'extrudeuse.

Formulations	T _f (°C)	Vitesse de rotation des vis (tr/min)	t (séjours) (min)	Force de maintien (N)
PP et PP/PC	180	100	7	400-2500

Le principe de fonctionnement de l'extrudeuse est le suivant : La matière brute sous forme de granules ou de poudre est entraînée par les filets d'une vis sans fin qui tourne dans un fourreau équipé d'un dispositif de régulation de la température. la matière passe de l'état fondu par plastification puis traverse la filière en tête d'extrudeuse. Les principaux phénomènes qui ont lieu lors de la rotation de la vis de plastification sont : le transport, le ramollissement ou la fusion et le pompage de la matière.



Figure III. 5. Image de l'extrudeuse double vis

III.5.2 Moulage par injection

Après avoir fait passer la matière dans l'extrudeuse, on récupère la matière fondue du fourreau dans un piston d'injection ajusté à la température de fusion du matériau (180°C dans notre cas). Cette dernière est ensuite compactée, maintenue sous pression de 5 bars, vient ensuite le rôle de la mise en forme des éprouvettes par injection moulage à l'aide d'une presse à injection qui est un prototype de laboratoire, munie d'un moule réglé par des canaux de refroidissement et d'un système de mouvement translatoire guidé par un vérin alimenté hydrauliquement, la pièce est éjectée manuellement. Ce moule utilisé est à empreinte sous forme d'haltère. L'ensemble de cet appareillage est ajusté par des paramètres de travail comme suit :

Tableau III. 8. Paramètres du travail sur la presse à injection.

Matière	T_f (°C)	T_{ref} (°C)	t_{ref}(s)	Pression d'injection (bar)
PP et PP/PC	180	30	3	5



Figure III. 6. Image de la machine d'injection

III.5.3 Préparation des éprouvettes

La préparation des matériaux composites est une étape importante. Le procédé et les paramètres de mise en œuvre conditionnent les propriétés finales du matériau. Le piston, qui est l'un des composants de la presse à injection, joue un rôle intermédiaire avec l'extrudeuse. Après avoir été rempli de matière jusqu'au trait de jauge il sera placé dans son support à la presse pour qu'elle puisse injecter son contenu à une pression de 5bars dans un moule fermé, et après un refroidissement de 3s à une température de 30°C.

Les éprouvettes obtenues ont une forme d'haltère avec une zone utile de dimensions qui sont représentées sur la figure ci-dessous :

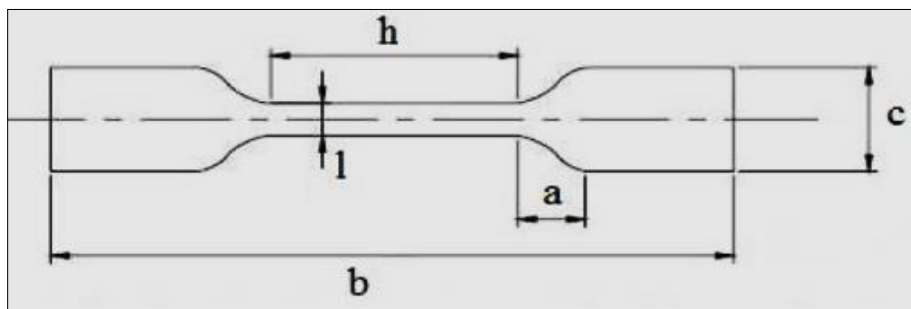


Figure III. 7. Dimensions de l'éprouvette

Détails des dimensions des éprouvettes ($h = 15 \text{ mm}$; $l = e = 3 \text{ mm}$; $a = 5 \text{ mm}$; $b = 84,16 \text{ mm}$; $c = 63 \text{ mm}$).

III.6 Caractérisations des composites

Cette partie est consacré aux méthodes de caractérisation des composites polypropylènes /papier carton utilisé dans cette étude.

- Les taux de cristallinité ont été déterminés par la méthode de diffraction des rayons X (DRX).
- L'étude du comportement thermique des composites PP/papier carton a été menée en utilisant l'analyse(DSC), d'autre propriétés physico-chimiques ont été déterminées tels que : l'absorption d'eau et l'indice de fluidité(MFI).
- Le test de traction a été effectué afin de déterminer les propriétés mécaniques des composites.

III.6.1 Caractérisation physique

III.6.1.1 Test de densité

Le test de densité a été effectué à l'aide d'un appareil de mesure de la masse volumique des matériaux. Il a été réalisé au sein de l'entreprise Al-Plast (zone industrielle TAHARACHT Akbou- Bejaïa) selon la norme ISO 1183. Le principe de ce test consiste à peser la masse de l'échantillon dans l'air notée (A), suivi d'une tare de la balance, puis on prend le même échantillon et on le pèse sous l'eau distillée. La valeur affichée sur la balance désigne la poussée d'Archimède de l'échantillon notée (P). La masse volumique de l'eau distillée est tirée dans des tables tout en connaissant sa température (voir la figure III.8). La masse volumique de l'échantillon est calculée de la manière suivante :

$$\rho \text{ échantillon} = \frac{A}{P} * \rho \text{ eau distillée} \dots \dots \dots \text{(III. 7)}$$

Avec :

$\rho_{\text{échantillon}}$: La masse volumique de l'échantillon

$\rho_{\text{eaudistillée}}$: La masse volumique de l'eau distillée

A : La masse de l'échantillon dans l'air.

P : Poussée d'Archimède.



Figure III. 8. Photographie d'un densimètre

III.6.1.2 Test d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau consiste à sécher des échantillons dans une étuve à 80 °C pendant 24h. Après séchage, on pèse les échantillons dans une balance analytique de précision 0.0001g. Par la suite les échantillons sont immergés dans l'eau distillée comme le montre la figure III.9, puis on fait des prélèvements chaque 24 heures. Les échantillons prélevés sont pesés et la variation de masse est donnée par la formule suivante :

$$\Delta m(\%) = \frac{m-m_0}{m_0} * 100 \dots (\text{III.8})$$

Avec :

m_0 : La masse des échantillons avant immersion.

m : La masse des échantillons après un temps d'immersion.

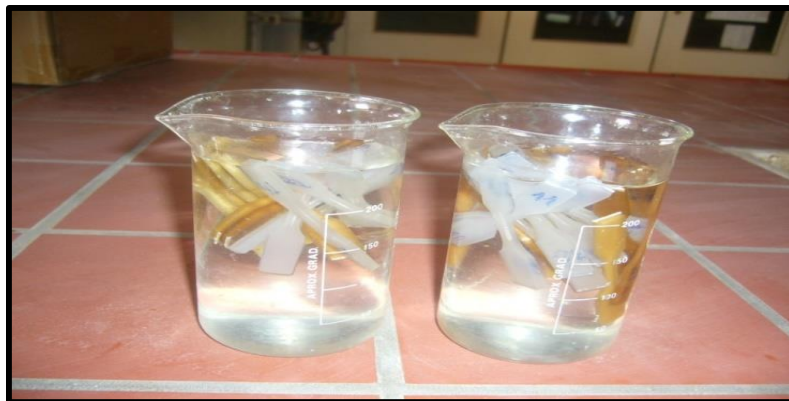


Figure III.9. Photographie du test d'absorption d'eau.

III.6.1.3 Indice de fluidité

L'indice de fluidité est un test rhéologique réalisé avec un poids de 2,16 Kg et à température de 230°C, est une méthode utilisée dans l'industrie de plastique pour la caractérisation des matériaux thermoplastique, surtout les polyoléfinés. Elle permet d'estimer leur extrudabilité. L'indice de fluidité à chaud, mesure, en unité arbitraire la masse écoulee à travers une filière cylindrique d'une matière thermoplastique à l'état fondue dans des conditions définies de température et de pression. Le test d'indice de fluidité a été réalisé à la SARL BATELEC, l'appareil utilisé est un plastomère code 10002013 et la norme est : ISO 1133 comme le montre la figure (III.10).

La norme ISO 1133 spécifie un mode opératoire pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud en volume (MVR) et l'indice de fluidité à chaud en masse (MFR) de matériaux

thermoplastiques qui présentent une sensibilité rhéologique élevée temps-température subi par l'échantillon au cours de l'essai et/ou à l'humidité.

Mode opératoire :

On commence par ajuster les conditions de température et poids qui dépendent de la nature de la matière à laquelle on veut mesurer l'indice de fluidité.

Une fois la température conditionnée et stabilisée, on introduit la matière dans le cylindre (3 à 8g selon la norme) et on la comprime afin d'éliminer l'air en suspension. Ensuite on place le piston dans la chambre d'essai, des extrudats se formeront on prend le chronomètre et on effectue des découpes qui seront par la suite pesées. L'indice de fluidité s'exprime par :

$$IF = \frac{600 * \text{masse de l'extrudat}}{\text{temps d'écoulement}} \dots \text{(III.9)}$$



Figure III. 10. Appareillage de mesure de l'indice de fluidité

III.6.2 Caractérisation mécanique

III.6.2.1 Test de traction

La caractérisation mécanique des composites est réalisée par le test de traction. Ce test a permis de déterminer les propriétés mécaniques telles que : le module d'Young, l'allongement et la contrainte à la rupture. Ces essais permettent d'établir une relation entre les contraintes et les déformations et de déterminer la nature du matériau (rigide ou souple). Le test de traction est réalisé sur des éprouvettes normalisées sous forme d'haltère. Ces essais ont été réalisés au niveau de l'entreprise CATEL (câblerie téléphonique) à Alger sur une machine de traction de type *Zwick/Roell*, de type BTC-FR 2,5 TN.D09, selon la norme NFC 32-200, à température ambiante et avec une vitesse de déplacement de 100 mm/mn. [12]

La machine est reliée à un ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation à l'aide d'un logiciel de type TestXpertV10.11. La figure III. 11 présente un exemple de comportement d'un matériau polymère soumis à une contrainte de traction. On y distingue trois zones :

La zone 1 de la courbe contrainte – élongation est linéaire et correspond à une déformation élastique. Le matériau s'allonge sous l'action de la traction et reprend sa forme et ses dimensions initiales lorsque la contrainte est interrompue. Le coefficient de proportionnalité est appelé module de Young ou module d'élasticité (**E**).

La zone 2 est appelée zone de déformation plastique. La déformation est toujours élastique, mais la variation contrainte-déformation n'est plus linéaire. Cette zone présente un maximum au-delà duquel le matériau subit une déformation irréversible. A l'arrêt de la contrainte, le matériau ne retrouve pas sa forme initiale : il existe une déformation résiduelle permanente. Au-delà d'une déformation critique, une contraction du matériau s'opère en un point donné jusqu'à rupture. On aborde alors la zone 3 de la courbe, dite zone de rupture.

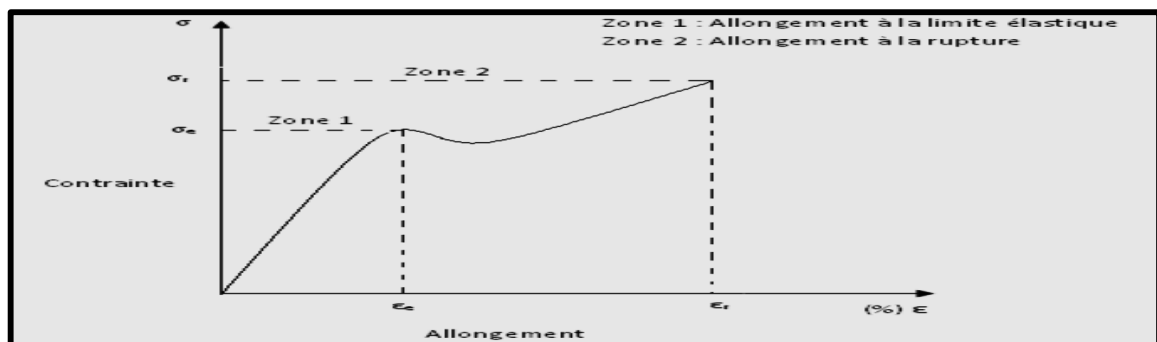


Figure III. 11. Représentation schématique d'une courbe contrainte/déformation [12]

On appelle **loi de Hooke** la relation :

$$\sigma_{\text{élastique}} = E * \varepsilon_{\text{élastique}} \dots (III.10)$$

La contrainte à laquelle la rupture a eu lieu, exprimé en Pascal est donnée par la formule suivante :

$$\sigma_r = \frac{F}{S} \dots \dots \dots (III.11)$$

Avec :

σ_r : Contrainte à la rupture ;

S : Section de l'éprouvette ;

F : La force d'étirement ;

Le pourcentage de la déformation à la rupture ε (%) est calculé à l'aide de la relation (III.12) et une moyenne de cinq éprouvettes a été utilisée pour chaque mesure.

$$\varepsilon_r(\%) = \frac{L - L_0}{L_0} * 100 \dots \dots \dots (III.12)$$

Où :

L_0 et L sont respectivement les longueurs initiale et à la rupture (mm) de l'éprouvette

La photographie de la machine de traction utilisée est illustrée sur la figure III. 12.

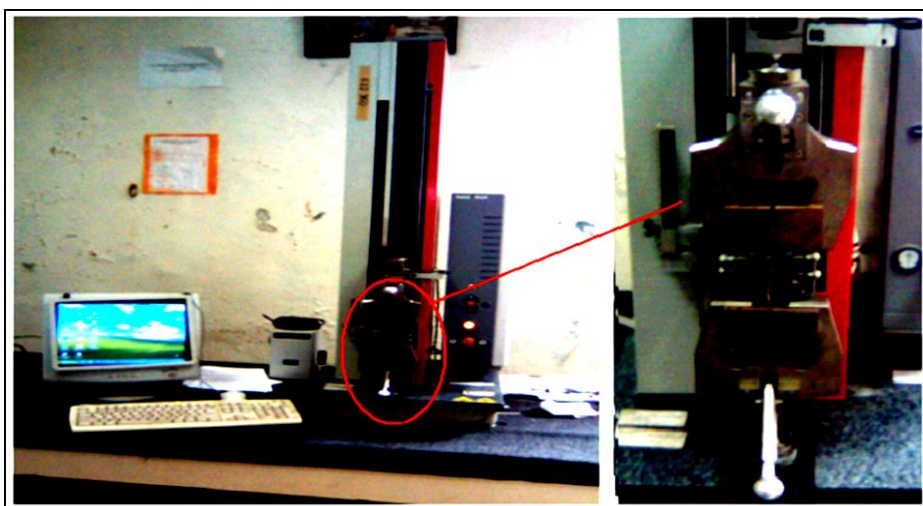


Figure.III.12. Photographie de la machine de la traction.

III.6.3 Caractérisation morphologiques : Microscopie électronique à balayage (MEB)

Étant donnée sa forte susceptibilité à la dégradation sous l'influence de la température et des contraintes de cisaillement générées lors du procédé de mise en forme des composites fibres cellulosiques-thermoplastique, la détermination de la distribution des longueurs de fibres est importante pour déduire la relation entre la performance mécanique du composite et les conditions opératoires utilisées.

La microscopie électronique à balayage est utilisée pour observer essentiellement la présence ou l'absence des agglomérats. Cette technique permet d'observer les faciès de rupture des échantillons (rupture réalisée sous les tests de traction), afin de connaître l'évolution des matériaux polymères en fonction des traitements chimiques. Les observations en microscopie électronique à balayage ont été réalisées à l'aide d'un microscope de type JEOL JSM-6031. Les échantillons sont revêtus d'un dépôt or-palladium afin d'éviter les effets de charge en surface. [12].la figure III.13 montre la photographie du MEB utilisé.



Figure III. 13. Photographie de l'appareillage MEB.

III.7 Caractérisation thermique par DSC

La caractérisation et de la fusion des polymères peut s'effectuer en considérant les échanges thermiques liés à ces processus. En effet, de la chaleur est dégagée lorsque le polymère se cristallise alors qu'il absorbe de la chaleur lors de sa fusion. L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) permet de mesurer les quantités de chaleur dégagées ou absorbées lors de ces étapes, en appliquant le même programme de température à l'échantillon testé et à une référence inerte. Un signal proportionnel à la différence de puissance fournie à l'échantillon et à la référence (dw/dt) est enregistré. [53]

Cette méthode est largement utilisée pour la caractérisation des polymères. Elle fournit des informations sur la transition vitreuse des polymères amorphes, la température et les enthalpies

de fusion et de cristallisation des polymères semi cristallins. Elle permet, notamment, de suivre l'évolution de la cristallinité à travers l'estimation du taux de cristallinité.

Les propriétés thermiques des échantillons élaborés sont étudiées au moyen d'un appareil d'analyse calorimétrique différentielle « DSC Mettler ». La masse des échantillons est d'environ 10 mg.

Les températures de fusion et de cristallisation ont été déterminées, respectivement au maximum du pic endothermique et exothermique. Et les enthalpies de fusion et de cristallisation sont données par leurs surfaces respectives. L'estimation de taux de cristallinité a été donnée par la relation III.12.

$$X_c(\%) = \left(\frac{\Delta H_f}{w * \Delta H_{100\%}} \right) * 100 \dots \dots \dots \text{(III. 12)}$$

Ou :

$\Delta H_{100\%}$: Enthalpie de fusion du polypropylène supposé 100% cristallin ; $\Delta H_{100\%} = 290\text{J/g}$.

ΔH_f : Enthalpie de fusion de l'échantillon, déterminée par l'air du pic de fusion ;

W : fraction massique du polypropylène dans le mélange.

CHAPITRE IV

Résultats et Discussions

Ce chapitre est consacré à l'interprétation et à la discussion des résultats de caractérisation du papier carton traité et non traité ainsi que ceux des composites PP/papier carton.

Les méthodes de la caractérisation du papier carton traité et non traité sont les suivantes :

- Caractérisation spectroscopique IRTF pour mettre en évidence la modification ;
- Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX), pour évaluer l'effet des traitements chimiques sur le taux de cristallinité du papier carton ;
- Test de mouillabilité pour voir l'effet des traitements chimique sur le caractère hydrophile de papier carton.

Les méthodes de caractérisation des composites sont les suivantes :

- Caractérisation mécaniques (traction) ;
- Caractérisation physiques (densité et absorption d'eau et indice de fluidité) ;
- Caractérisation morphologique (MEB),
- Caractérisation thermique (DSC)
- Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX).

IV.1 Caractérisation de la fibre de papier carton

La composition chimique de papier carton a été déterminée par **M^{me}Chibani Nacéra**, au niveau du laboratoire des matériaux organiques, Université de Bejaia. Les différents résultats sont représentés sur le tableau IV. 1.

Tableau IV. 1. Composition chimique de papier carton.

Molécule	Composition %
Holocellulose	65
Lignine	17.6
Cendre	11.5

Les fibres lignocellulosiques sont riches en groupements hydroxyles, ce qui leurs confèrent un caractère fortement hydrophile. En revanche les thermoplastiques sont généralement hydrophobes. L'utilisation des fibres naturelles comme renforts dans de telles matrices engendre un problème d'incompatibilité entre la fibre et la matrice, ce qui nécessite donc l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice. La méthode préconisée dans notre étude, est la

modification de papier carton par le traitement avec le permanganate de potassium. Cette dernière a été mise en évidence par la spectroscopie IRTF.

IV.1.1 Caractérisation spectroscopique

IV.1.1.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

L'analyse IRTF montrent les principales différences entre le papier carton traité et non traité ; les changements et l'aspect ainsi que l'intensité des bandes peuvent fournir des informations au sujet du déroulement de la modification chimique.

D'après la figure IV. 1 on constate que tous les spectres sont similaires quel que soit la concentration de KMnO_4 sauf qu'une diminution d'intensité des pics du spectre du papier carton traité par des concentrations de KMnO_4 inférieures à 1% par rapport au non traité, a été observée dans les régions spectrales suivantes :

- La bande 3410 cm^{-1} caractéristique des fonctions hydroxyles ; Ceci est assigné à la diminution du caractère hydrophile de la fibre lignocellulosique.
- la bande à 2900 cm^{-1} correspondants aux vibrations d'élongations CH_2 et CH_3 .
- La bande à 1650 cm^{-1} attribuée aux groupements hydroxyles de l'eau.
- la bande à 1430 cm^{-1} qui est attribuée à vibration de déformation des liaisons C-H des cycles aromatiques
- La bande à 1040 cm^{-1} est attribuée aux groupements alcools cycliques.

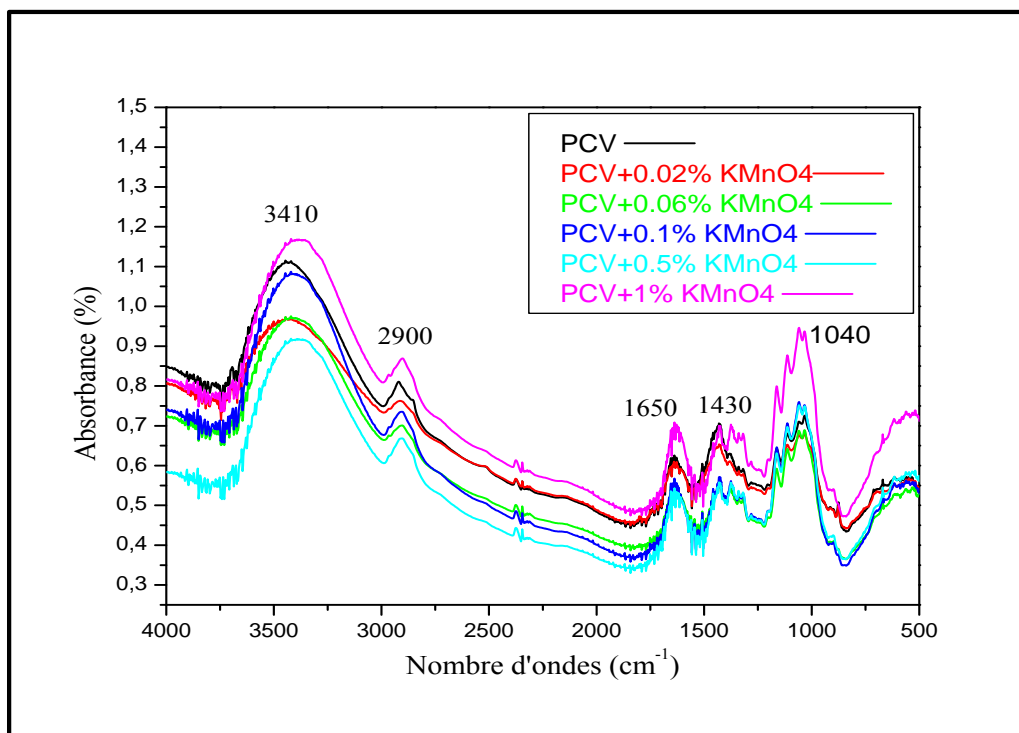


Figure IV. 1. Caractérisation spectroscopique de papier carton par IRTF.

Ces diminutions sont peut-être liées aux effets du traitement par le permanganate de potassium (KMnO_4) sur la structure cellulosique de la fibre. Mais au-delà de la concentration de 1% de KMnO_4 , on constate une augmentation due à la dégradation des fibres cellulosiques qui conduit à la formation de groupements polaires.

Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par : S.Kalia et al.[78] G. Cristaldi et al.[80] et Y. Bulut et al.[74] qui ont menés une étude sur le traitement des fibres lignocellulosiques par le permanganate de potassium (KMnO_4) à différentes concentrations et leurs spectres IRTF des fibres traitées et non traitées, ont révélés que la tendance hydrophile des fibres diminue avec l'augmentation de la concentration de KMnO_4 . Mais à des concentrations supérieures à 1% de KMnO_4 , la dégradation des fibres cellulosiques conduit à la formation de groupements polaires.

L'analyse IRTF confirme que la réaction a bien eu lieu, ce qui nous a permis de proposer un mécanisme de réaction convenable à ce traitement.

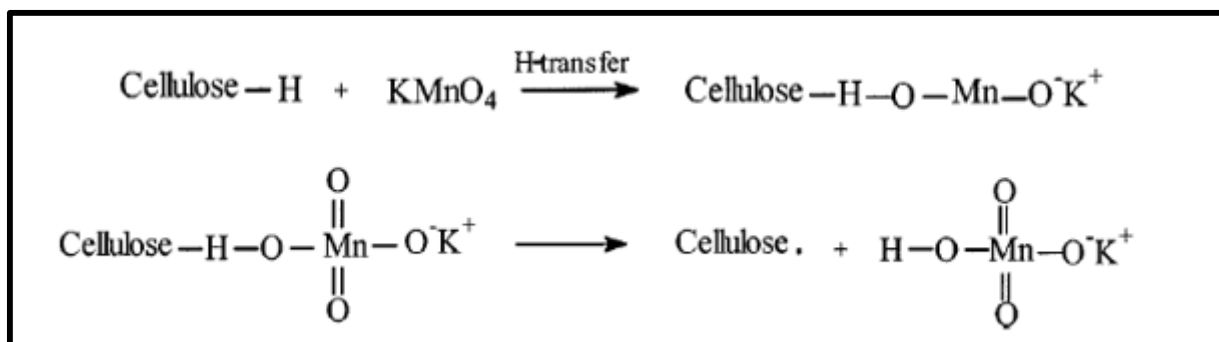


Figure IV. 2. Schéma de la réaction de traitement par KMnO_4 [55].

IV.1.1.2 Diffraction des rayons X de papier carton (DRX)

Afin d'étudier l'effet du traitement chimique par le permanganate de potassium (KMnO_4) à différentes concentrations sur la cristallinité de papier, les différents échantillons ont été caractérisés par diffraction des rayons X (DRX) et les résultats de cette analyse sont illustrés en figure IV. 3.

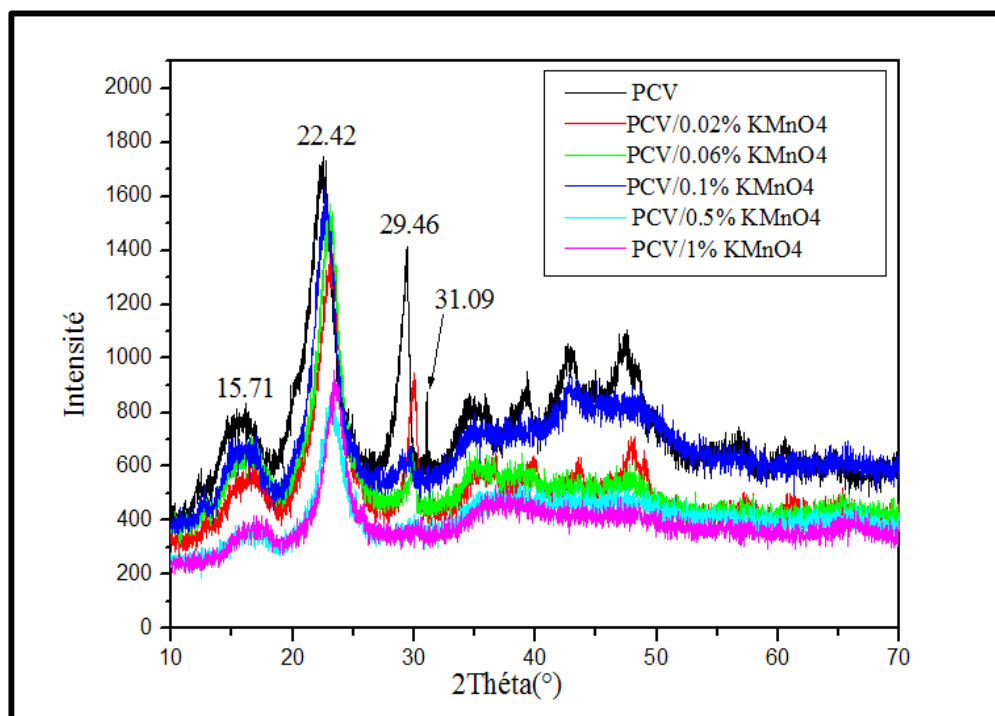


Figure IV. 3. Spectres DRX de la fibre de papier carton.

On remarque d'après les diffractogrammes présentés sur la figure IV. 3, qu'aucun changement notable dans la position des pics à 15.71, 22.42, 29.46 et 31.09°. On constate un pic très intense situé à un angle de $2\theta = 22,42^\circ$ dans les diffractogrammes attribué à la cellulose, et nous constatons également une présence de deux pics aux environs de $2\theta = 29,46^\circ$ et $31,09^\circ$ dans la fibre PCV qui disparaissent après traitement, ce qui peut être expliqué par une diminution de

la partie amorphe dans la structure de la fibre après le traitement, cette explication est soutenue par l'augmentation de taux de cristallinité de la fibre. Ces résultats sont enregistrés après traitement des diffractogrammes en utilisant la méthode de Segal et les résultats sont récapitulés dans le tableau IV.2.

Tableau IV. 2. Taux de cristallinité des fibres de papier carton à différentes concentrations de KMnO_4 .

Les fibres de papier carton	Taux de cristallinité(%)
PCV	64,78
PCV/0,02% KMnO_4	65,69
PCV/0,06% KMnO_4	66,66
PCV/0,1% KMnO_4	67,38
PCV/0,5% KMnO_4	67,76
PCV/1% KMnO_4	67,02

Ces résultats sont en accord avec ceux obtenu par :

Chibani et al. [78] qui ont attribués à l'étude du désencrage du papier journal par le traitement alcalin, ont constaté que les diffractogrammes des fibres de papier journal brut et désancré présentent tous un pic cristallin majeur pour un angle 2θ compris entre 22° et 23° , qui correspond au plan cristallographique (002) de la cellulose I. Les deux autres pics présents à $2\theta = 14,7^\circ$ et $2\theta = 16,4^\circ$ correspondent respectivement aux plans cristallographiques (110-) et (110). Pour un pourcentage élevé en cellulose I (forte cristallinité), ces deux pics sont assez marqués et distincts l'un de l'autre. A l'inverse, lorsque les fibres contiennent un pourcentage élevé de matériaux amorphes (lignines, pectines, hémicelluloses et cellulose amorphe), ils n'en forment plus qu'un seul.

IV.1.2 Test de mouillabilité

Le test de mouillabilité est un test visuel qui a été réalisé dont le but de vérifier l'affinité des fibres de papier carton modifiée et non modifiée avec l'eau. Cependant, la photographie de la figure IV.4, montre les résultats du test de mouillabilité de papier carton avant et après ce traitement avec le permanganate potassium. On remarque clairement, que les fibres de papier carton non traitée se solubilisent en partie dans l'eau distillée en formant une suspension, alors que les fibres de papier carton traitée avec le KMnO_4 restent en surface formant un film en

contact de l'eau. Ceci peut être expliqué par la diminution de la concentration des groupements hydroxyles et par voie de conséquence, une augmentation de l'hydrophobicité des fibres.

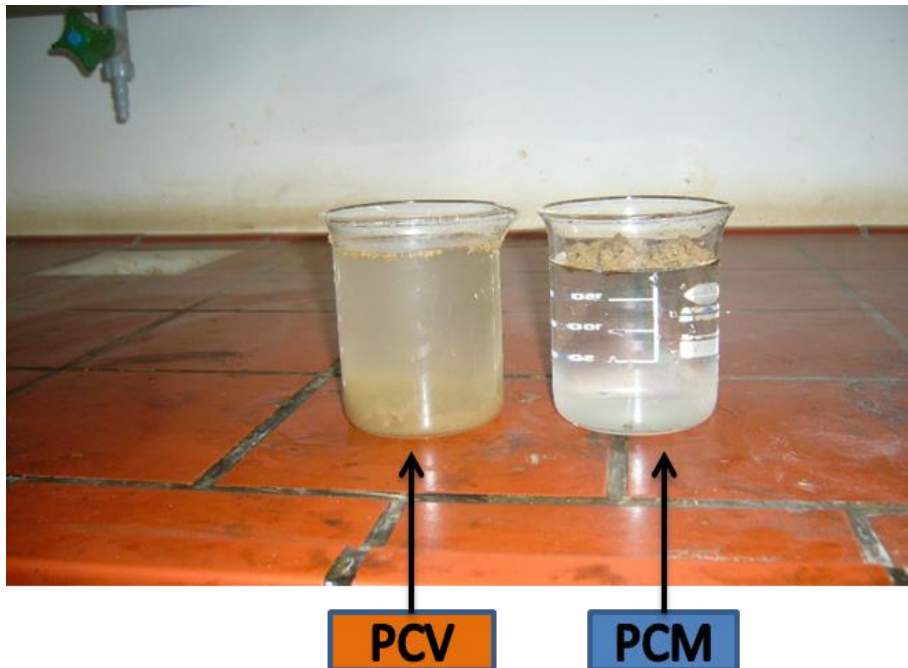


Figure IV. 4. Photographie du test de mouillabilité.

IV.2 Caractérisation des composites

IV.2.1 Caractérisation physique

IV.2.1.1 La densité

Parmi les avantages d'utilisation des fibres végétales pour le renforcement des thermoplastiques, on peut citer leurs légèretés en les comparant aux composites conventionnels.

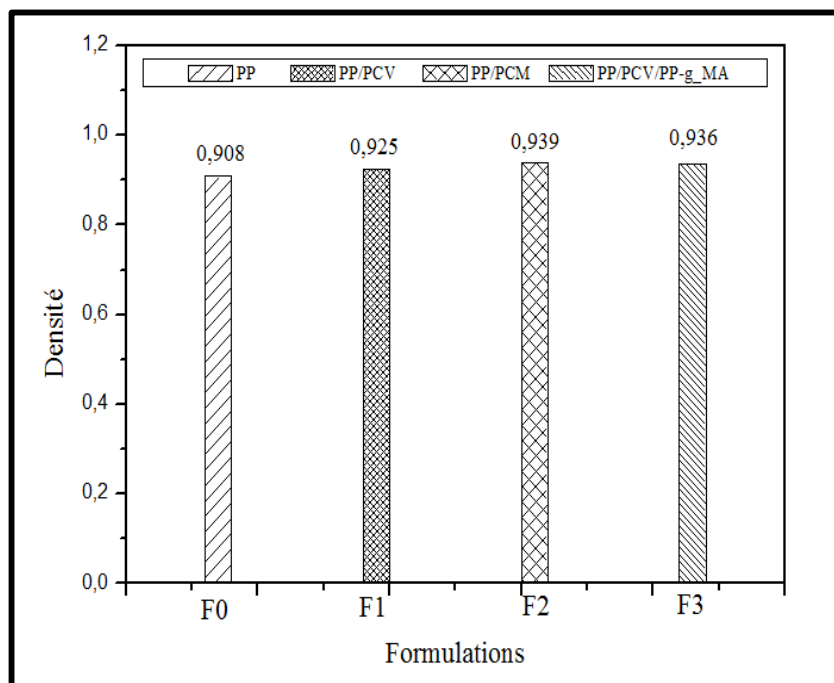


Figure IV.5. Evolution de la densité de la matrice PP et des composites.

La figure IV.5 montre l'évolution de la densité des composites élaborés en fonction du papier carton traité et non traité, on constate une augmentation insignifiante de la densité des composites PP /PC traité et non traité comparée à celle du PP vierge car toutes les valeurs sont très proches.

IV.2.1.2 Absorption d'eau

L'absorption d'eau des composites est principalement due aux liaisons hydrogène des molécules d'eau avec les groupements hydroxyles des fibres de papier carton. À cet égard, la figure IV. 6, montre d'une part l'évolution du taux d'absorption d'eau des composites PP/papier carton non traitée comparée au PP vierge en fonction du temps d'immersion.

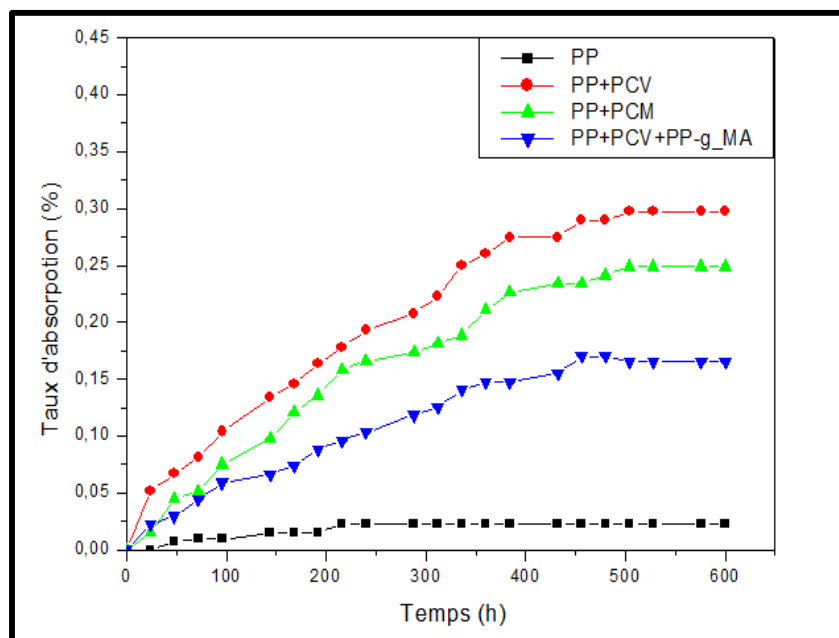


Figure IV. 6. Evolution de taux d'absorption d'eau de la matrice PP et des composites.

Ce test nous a permis de confirmer le caractère hydrophobe de la matrice utilisée. En effet, le taux d'absorption d'eau du PP ne dépasse pas 0,03 % quel que soit le temps d'immersion. On constate également une augmentation du taux d'absorption des composites traités et non traités. Au début de l'immersion des échantillons dans l'eau à des temps entre 0 et 500 heures, la diffusion est très rapide jusqu'à 300 h. A partir de 350 heures, l'absorption d'eau est très lente et on observe un palier de saturation.

Cette augmentation pour les composites PP/PCV est assignée à l'augmentation de la concentration des groupements hydroxyles qui ont une forte affinité avec de l'eau. Nous pouvons également attribuer ce phénomène à la mauvaise adhésion interfaciale fibre-matrice qui se traduit par l'augmentation des microvides.

Ces résultats ont été confirmés par de nombreux travaux de recherche tels que S. Krim et al. [81] et C. Ihamouchen et al. [82].

Par ailleurs, le traitement chimique réduit le taux d'absorption d'eau des composites comparés aux composites non traités. Ceci peut être attribué à la diminution du nombre des groupements hydroxyles présents dans le papier carton. Les spectres IRTF de papier carton traité et non traité par le permanganate de potassium corroborent avec ce phénomène.

IV.2.1.3 Indice de fluidité

L'évolution de l'indice de fluidité en fonction de papier carton traité et non traité est représentée sur la figure IV.7.

D'après ces histogrammes nous remarquons clairement une légère augmentation de l'indice de fluidité des composites en comparaison à celui du polypropylène. Des résultats similaires ont été obtenus par A.K. Bledzki et al. [83], avec la farine du bois. Ils ont attribué ceci, d'une part, à une dégradation thermique du polypropylène lors de la préparation des pré-mélanges de composite dans la vis d'injection mais aussi aux forces de cisaillement élevées qui induisent des scissions de chaînes en provoquant ainsi l'augmentation de l'indice de fluidité. Quant à l'effet du traitement chimique, on voit clairement que l'ajout du PP-g-MA et le traitement avec KMnO_4 réduisent l'indice de fluidité des composites ce qui est probablement dû à l'amélioration de l'adhésion interfaciale et les interactions entre le papier carton et le PP. Ces résultats sont en accord avec S. Krim et al. [81]

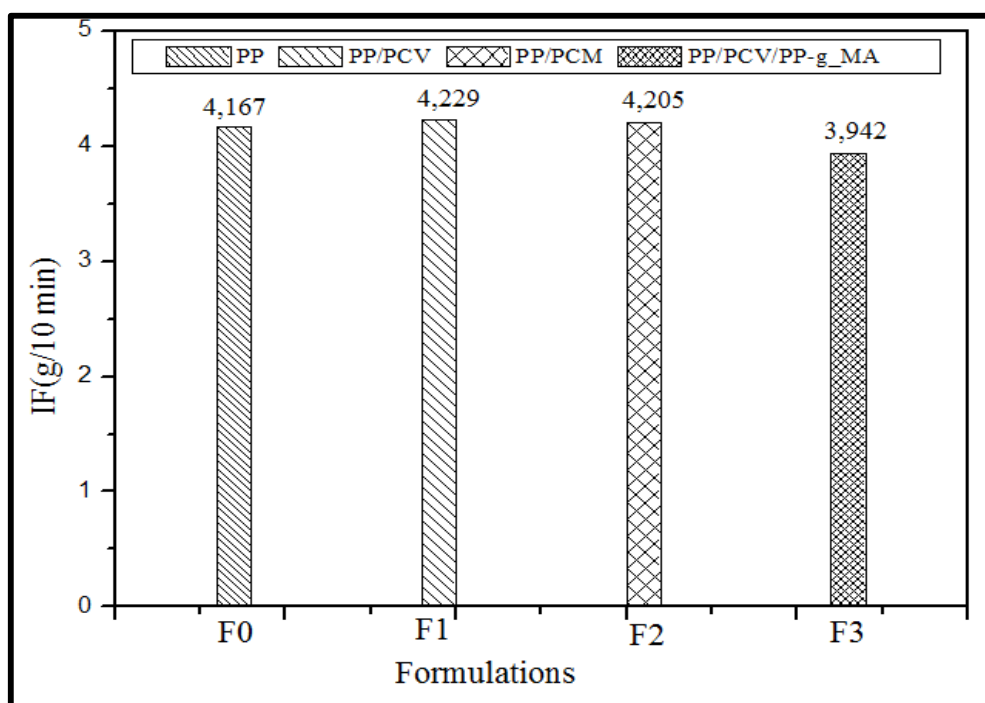


Figure IV. 7. Evolution de l'indice de fluidité de la matrice PP et des composites

IV.2.2 Diffraction des rayons X des composites

Les courbes issues de la diffraction des rayons X (DRX) du PP et des composites élaborés sont présentées dans la figure IV.8.

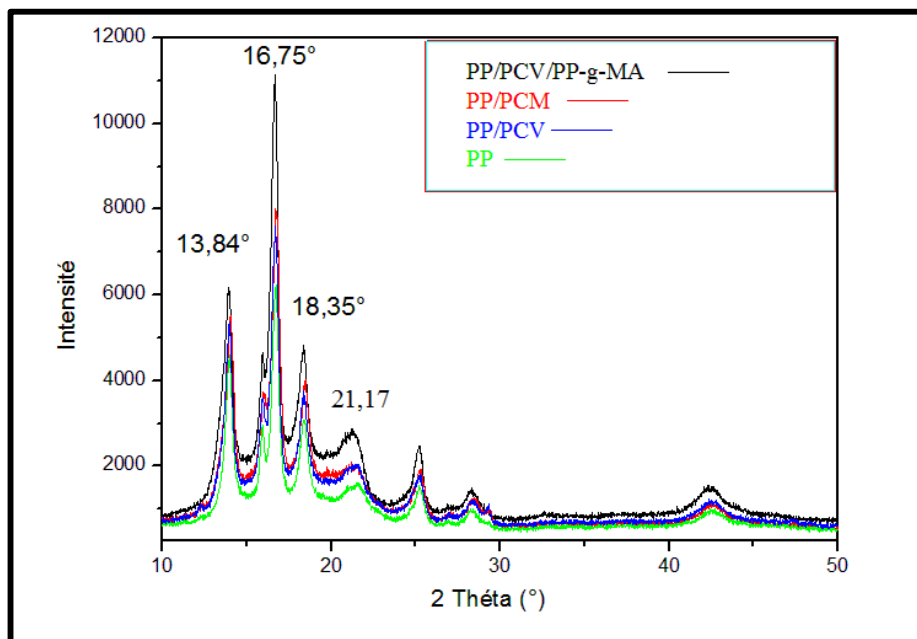


Figure IV. 8. Spectres DRX de la matrice PP et des composites.

Les courbes de diffraction des rayons X (DRX) de la matrice PP et les composites élaborés sont représentées sur la figures IV.8.

S. Krim et al. [81] ont confirmé que le polypropylène possède quatre formes cristallographiques : α -forme, β -forme, γ -forme et la forme smectique. En effet, nous constatons ces pics sur les courbes de DRX. La α -forme peut être localisée vers les angles de diffraction : α_1 : 13.84°, α_2 : 16.75°, α_3 : 18.35°, α_4 : 21.17° correspondant à des plans diffractions de 110, 040, 130, 111, 131 respectivement avec une configuration monoclinique. Par contre, la β -forme est localisée vers des angles de diffraction β_1 : 15.22° et β_2 : 23.66° correspondant aux plans (300 et 221) respectivement. Ils ont également confirmé que l'absence des autres formes (γ -forme et la forme smectique) est justifiée par le fait que ces deux formes ne peuvent apparaître que dans des conditions bien spécifiques. En effet, la γ -forme peut apparaître que dans le cas de la cristallisation à haute pression et que la forme smectique est produite sous un état de refroidissement extrêmement rapide.

L'exploitation de ces spectres de diffraction des rayons X nous permet de déterminer le taux de cristallinité des divers matériaux et les résultats sont récapitulés dans le tableau IV.3.

Tableau IV 3. Taux de cristallinité des différents composites élaborés.

Formulations	Taux de cristallinité(%)
F0	43,19
F1	44,25
F2	46,22
F3	49,66

Nous pouvons noter une augmentation du taux de cristallinité des composites avec l'incorporation des fibres de papier carton. Cette augmentation est due à la cristallinité fournie par les fibres. Cependant l'introduction de la fibre de papier carton traité semble favoriser la cristallisation, elle peut générer au niveau de l'interface des sites sur lesquels vont pouvoir s'initier la cristallisation : ce phénomène de nucléation hétérogène permet d'avoir une meilleur organisation des fibres dans la matrice polymère pour une bonne dispersion qui se traduit par un meilleur taux de cristallinité.

IV.2.3 Caractérisation mécanique

IV.2.3.1 Test traction

Les propriétés mécaniques des composites ont une importance majeure. Il est connu que le comportement mécanique des composites à renfort fibreux dépend fortement de la liaison fibre/matrice qui s'établit entre les constituants lors de l'élaboration des composites.

La mesure des propriétés mécaniques est un moyen permettant d'évaluer le degré d'interaction créée entre la matrice PP et les fibres de papier carton. Dans cette partie, l'effet de traitement par KMnO_4 et du PP-g-MA sur les propriétés mécaniques, notamment la contrainte, l'allongement et le module de Young de la matrice PP et des matériaux composites PP/papier carton ont été étudiés.

❖ Contrainte à la rupture :

La figure IV.9, illustre l'évolution de la contrainte à la rupture de la matrice PP et des composites non traités et traités avec KMnO_4 et PP-g-MA. On constate une diminution de la contrainte à la rupture en ajoutant les fibres lignocellulosiques non traités.

D'après S. Krim et al. [81] et A. Bendahou et al. [84] ces résultats peuvent être attribués à la mauvaise dispersion des fibres dans la matrice en formant des agrégats ce qui conduit à la fragilisation du système. Le manque d'interactions et l'adhésion inter-faciales entre les

composantes (PP/PCV) dont les caractères sont antagonistes a intensifié la difficulté de transfert des contraintes entre le PP et le PCV.

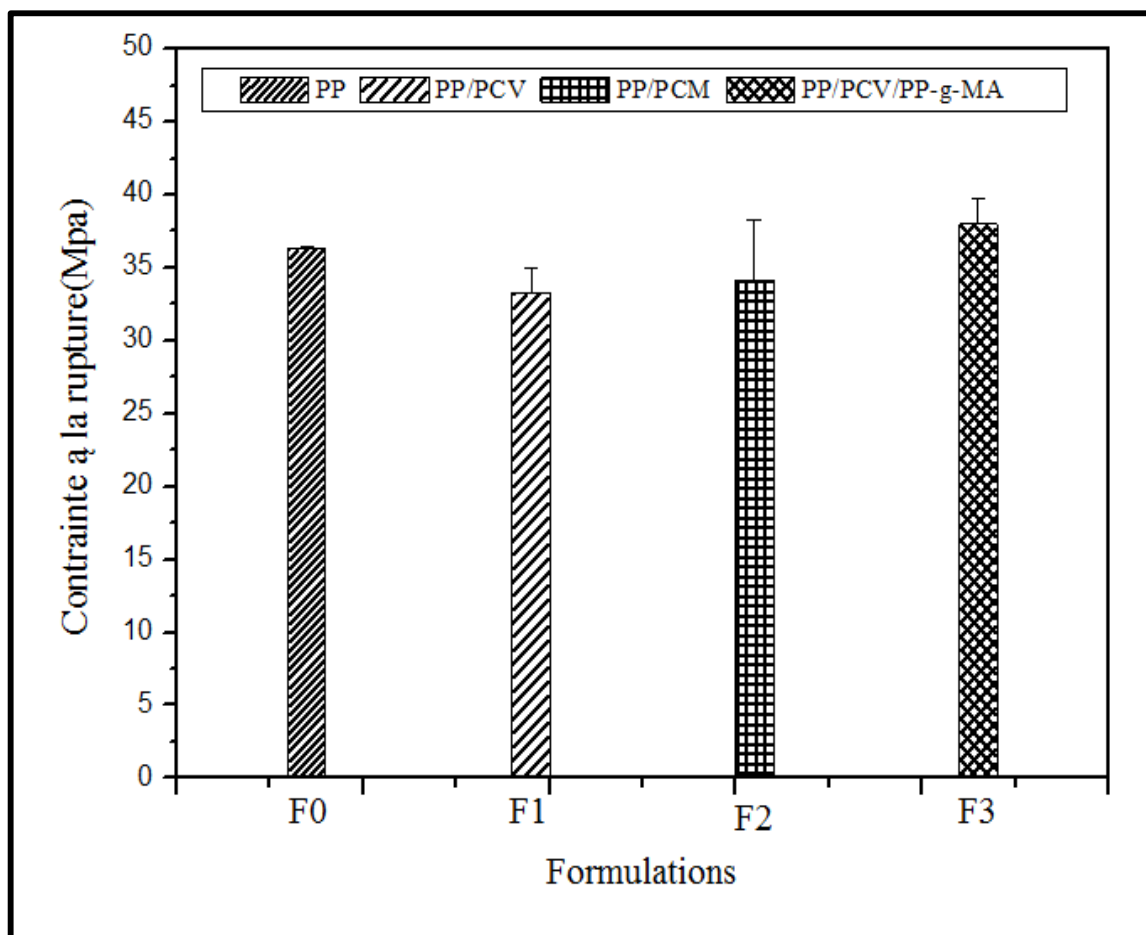


Figure IV. 9. Evolution de la contrainte à la rupture de la matrice PP et des composites.

D'après ces histogrammes, nous observons une augmentation des contraintes à la rupture pour les composites traités avec le KMnO_4 et le PP-g-MA par rapport aux composites non traités. D'ailleurs, la contrainte à la rupture des composites dépend aussi de la qualité de la charge utilisée ainsi que la qualité de finition des surfaces qui influe sur l'adhérence entre la fibre de papier carton et le polymère (PP), résultant de la réaction entre l'anhydride maléique dans l'agent de couplage et les groupes hydroxyles à la surface de la cellulose.

Nous constatons également que les composites traités par le PP-g-MA montrent de meilleures résistances à la traction comparées à ceux traités par KMnO_4 . Ceci peut être expliqué par la capacité du PP-g-MA à former de fortes liaisons inter-faciales entre le PP et la fibre PCV et par conséquent un meilleur transfert de contrainte entre les deux phases comparé au KMnO_4 . Ces résultats sont en accord avec ceux de S. Krim et al. [81] A. Bendahou et al. [84] et H. Demir et al. [85].

❖ Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture est une caractéristique sans dimension des composites. Il correspond à la déformation de la zone utile atteinte lors de la rupture et caractérise l'allongement maximum que peut supporter une éprouvette avant de se rompre.

La variation de l'allongement à la rupture de la matrice PP et des composites en fonction de papier carton traité et non traité est représentée sur la figure IV.10. Cette dernière, montre clairement que l'allongement à la rupture diminue au fur et à mesure avec l'ajout des fibres de papier carton traitée et non traitée par rapport à la matrice de polypropylène vierge car les fibres de papier carton provoquent une certaine fragilité au composite. Ce résultat est en accord parfait avec beaucoup d'auteurs, tel que celui de H. Demir et al. [85] et D. Hammiche et al. [86].

La détérioration de cette propriété est principalement due à la mauvaise dispersion des fibres de papier dans la matrice engendrée par une faible adhésion interfaciale fibre-matrice, conduisant également à la formation d'agrégats et par voie de conséquence la création de micro vide à l'interface ce qui est prévisible du moment que la matrice et la fibre ont un caractère antagoniste (PCV un caractère fortement hydrophile, le PP est hydrophobe) pour les composites non traités.

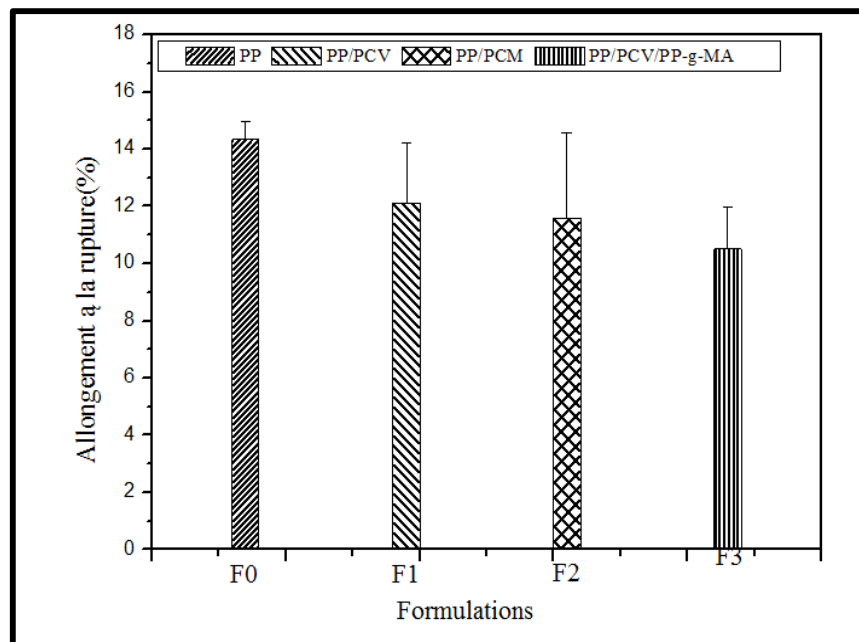


Figure IV. 10. Evolution de l'allongement à la rupture de la matrices PP et des composites.

❖ Module de Young

Le module d'élasticité ou module de Young caractérise la rigidité d'un matériau : plus il est élevé, plus il est rigide. Le module d'élasticité donne une bonne appréciation du comportement d'un matériau soumis à des contraintes. Il permet d'évaluer à partir de quelle force le matériau sera déformé.

La figure IV.11, représente l'évolution du module de Young de la matrice PP et des composites élaborés. D'après ces histogrammes, nous remarquons que le module de Young croit pour les composites traités et non traités et que les valeurs les plus élevées sont enregistrées avec les composites chargés avec KMnO_4 indiquant que la rigidité des composites a augmenté.

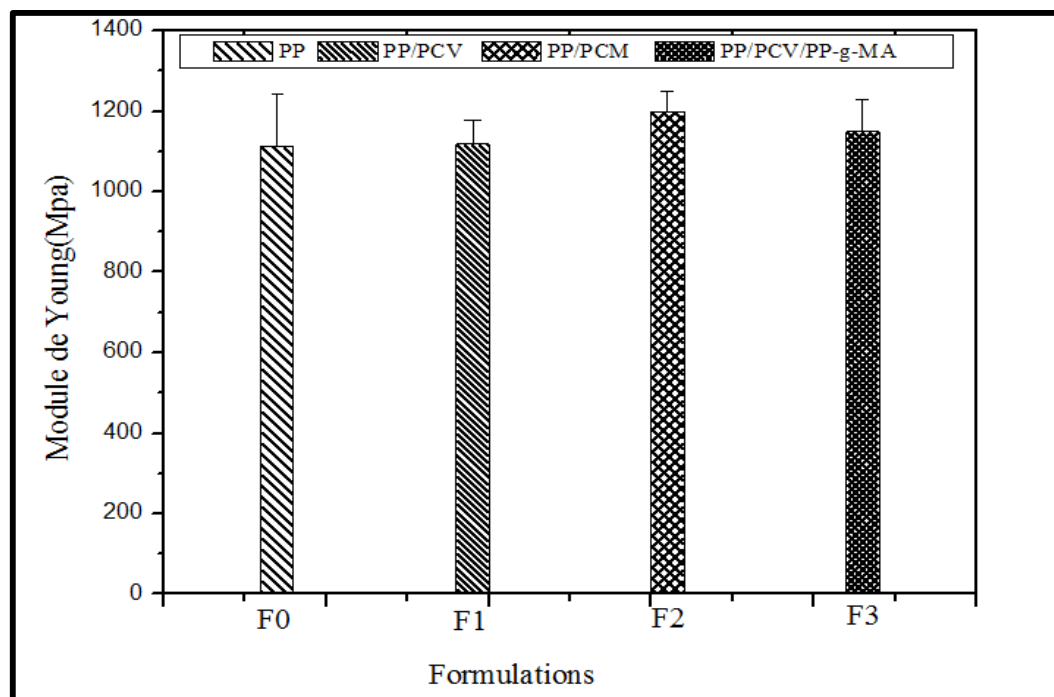


Figure IV. 11. Evolution du module de Young de la matrice PP et des composites.

En effet, d'après D. Hammiche et al. [86] le module de Young est connu pour être moins sensible à l'interaction interfaciale.

IV.2.4 Caractérisation morphologique

Les images de la microscopie électronique à balayage des composites renforcés par les fibres de PCV, traitées par le KMnO_4 et l'ajout de l'agent compatibilisant PP-g-MA sont illustrées sur la figure IV.12. Ces images permettent de visualiser l'adhérence entre les fibres et la matrice,

La micrographie MEB pour le composite à base de fibres PCV indique clairement que l'adhésion entre les fibres lignocellulosiques et la matrice polymère est faible. Ceci est clairement mis en évidence par l'absence de tout contact physique entre les deux composants. On observe l'apparition d'agrégats à la surface des composites et des microvides qui sont dus aux déchaussements des fibres de la matrice. La faible polarité de la matrice thermoplastique (PP) et l'énergie de surface élevée des fibres cellulosesiques sont responsables du manque de compatibilité et du manque de contact entre la matrice et le renfort.

On revanche, pour les composite traités par l'ajout du compatibilisant et ceux à base de fibre traités, les analyses par MEB montrent une amélioration l'adhésion entre la matrice polymère et les fibres et une bonne dispersion du renfort. Il est prévisible d'obtenir des meilleures propriétés qui se traduisent par un meilleur transfert de contrainte entre la matrice PP et le renfort.

Ces résultats sont en accord avec ceux de M. S. Sreekala et al. [54] et A. Bendahou et al. [84].

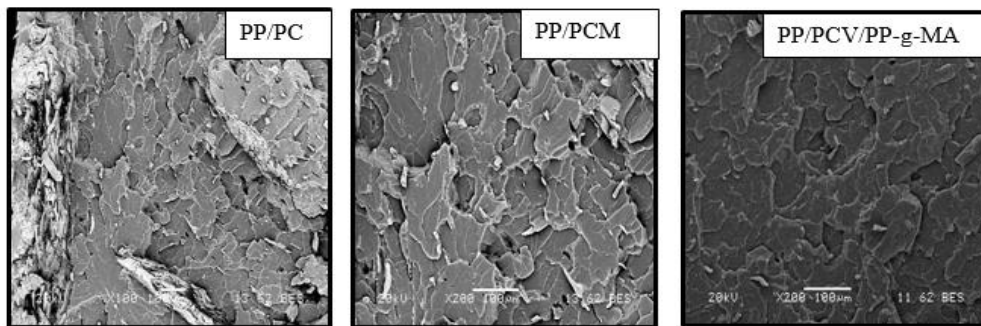


Figure IV. 12. Images du microscope électronique à balayage des composites * 200.

IV.3 Caractérisation thermique par DSC

Comme nous l'avons mentionné dans la partie expérimentale, les mesures de DSC ont été réalisées afin d'étudier l'effet de l'introduction des fibres de papier carton sur le point de fusion et le taux de cristallinité des matrices thermoplastiques. Les résultats de calorimétrie différentielle à balayage des composites réalisés avec compatibilisant ou fibres traitées avec le KMnO_4 sont présentés sur le tableau IV.4.

Tableau IV.4. Paramètres thermiques des composites à base de PP renforcés par des fibres de papier carton tirés de la DSC.

Caractéristique de fusion	T _c (°C)	T _f (°C)	ΔH _c (J/g)	ΔH _f (J/g)	X _c (%)
PP	118,91	165,09	90,24	91,26	44
PP/PCV	118,67	166,76	86,56	90,34	43,6
PP/PCV/PP-g-MA	118,56	164,07	97,02	101,01	48,8
PP/PCM	120,52	166,17	93,35	95,34	46

La température de fusion semble être stable et reste presque inchangée avec l'incorporation de papier carton vierge et traité ou bien avec l'utilisation du PP-g- MA.

En revanche, le taux de cristallinité est plus important dans les composites comparativement à la matrice pure et ne semble pas être influencé par le taux de renfort. Ces résultats montrent que le taux de cristallinité des composites avec 5% de l'agent compatibilisant est supérieur à celui des composites renforcés par les fibres traitées par le KMnO₄. Ceci pourrait être dû à des interactions plus fortes entre la fibre et la matrice causées par le PP-g-MA et au phénomène de nucléation entraînant la formation d'une phase transcristalline du polymère à la surface des fibres. Conformément aux résultats de A. Bendahou et al. [84].

*Conclusion
Générale*

Conclusion générale

Cette étude constitue une contribution à la recherche de solution sur la problématique liée à la pollution de l'environnement par les déchets lignocellulosiques. Elle regroupe un certain nombre d'aspect sur la préparation de matériaux à base de ressources renouvelables. En effet, l'exploitation de la biomasse végétale a permis d'élaborer des matériaux composites biodégradables (fibres et matrices).

L'ensemble des travaux que nous avons présentés dans cette étude concerne la préparation et la caractérisation de nouveaux matériaux composites bois/plastique, produits par des procédés de transformation classique (extrusion suivi de moulage par injection) Ces composites sont constitués d'une matrice de polypropylène et de la fibre de papier carton, déchets d'emballages.

Afin d'améliorer les propriétés d'interface entre le polypropylène et la fibre de papier carton, nous avons utilisé deux modes de traitement à savoir : le traitement de surface de la fibre de papier carton par le permanganate de potassium et le traitement par un agent compatibilisant (PP-g-MA).

Plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées afin de recueillir le maximum d'informations sur la fibre de papier carton traitée et non traitée, le PP-g-MA et les différents composites élaborés. Les résultats obtenus nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

L'ensemble des résultats obtenus sur la caractérisation des composites permet de conclure que la modification chimique par permanganate de potassium et la présence de PP-g-MA améliore l'adhésion interfaciale entre la charge et la matrice PP. Ceci a été vérifié, d'une part, par IRTF qui a montré une réduction des groupements hydroxyles et par le suivi du taux d'absorption d'eau, et d'autre part, par la MEB qui a montré une surface plus homogène pour le PP-g-MA.

Le traitement chimique par KMnO_4 a provoqué une augmentation du taux de cristallinité de la fibre de papier carton.

Les résultats obtenus pour l'indice de fluidité indiquent que ce dernier croit progressivement avec la teneur de la charge incorporée.

Concernant l'analyse de diffraction des rayons-X des composites et de la DSC, les résultats obtenus révèlent une augmentation de taux de cristallinité des composites traité.

Du point de vue propriétés mécaniques les composites ont montré la diminution de la contrainte et de l'allongement à la rupture pour les composites PP/ fibre de papier carton. Cependant une légère amélioration de la contrainte à la rupture a été constatée dans le cas des

composites PP/fibre de papier carton traité et augmentation de la rigidité des différents matériaux élaborés qui se traduit par une augmentation du module de Young.

Perspectives

- Etude du vieillissement et durabilité des composites élaborés.
- Utilisation d'autres traitements plus écologiques tels que les traitements aux rayonnements gamma ou par plasma.
- Etude de la biodégradation des composites.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

- [1] : **Anthony Loiseau**, « Elaboration et caractérisation de nanocomposites modèles la Ponite/Polyoxyde d'éthylène », thèse doctorat, université du Maine, France, **2006**.
- [2] : **Gay, D**, « Matériaux composites», Édition Hermes. **1997**.
- [3] : Chrétien(1986), Daviaud et Filliatre(1985), Gay(1991)
- [4] : **Aida Rabouhi**, «Effet du taux de la farine de bois d'olivier sur la morphologie et les propriétés chimiques, mécaniques et thermiques du polychlorure de vinyle», mémoire de magister, université A. Mira de Bejaia, **2010**.
- [5] : **Merkhoufi.A**, « Contribution à l'étude des propriétés et déformations du béton renforcé par les fibres du palmier dattier en climat sec et chaud », mémoire de magister, université de Ouargla, PP69. **2004**.
- [6] : **Salem Krim**, « Etude et caractérisation des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d'olive », mémoire de magister, université Abderrahmane Mira Bejaia, **2009**.
- [7] : **Jean Marie, B**, « Matériaux composite, comportement mécanique et analyse des structures », Institut universitaire de technologie, édition Masson, Paris, **1996**.
- [8] : **Dalila Hammiche**, «Synthèse d'un Nouvel Agent de Couplage PVC-g-MA et son Utilisation dans les Composites PVC/Alfa», mémoire de magister, université de Bejaia, **2010**.
- [9] : **David Sedan**, « Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du te composite», thèse de doctorat, université de Limoges, **2007**.
- [10] : **DO THI Vi Vi**, « Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non », thèse de doctorat, université de Grenoble, **2011**.
- [11] : **Laurent Gornet**, «Généralité sur les matériaux composites », école centrale Nantes, **2010**.
- [12] : **Nacéra Chibani**, « Désencrage de papier journal et son incorporation comme fibre dans une matrice polychlorure de vinyle », mémoire de magister, université de Bejaia, **2010**.

- [13] : **El Hadji Babacar LY**, «Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose», thèse de doctorat, école doctorale, matériaux et génie des procédés, **2008**.
- [14] : **Hans-Henning Kausch**, , **Nicole Heymans**, **Christopher John Plummer**, **Pierre Decroly**, «Matériaux polymères : Propriétés mécaniques et physiques, traité des matériaux», Presses polytechniques et université romandes, **2001**.
- [15]: **S .Ch. Turmanova S.D. Genieva** , « Non –isothermal degradation kinetics of filled with rise husk as polypropene composite», express polymer Letters, 133-146, **2008**.
- [16] : **Sandor Fuzessery**, polypropylène, techniques de l'ingénieur, traité plastiques A3320
- [17] : **Ait Ameer, M.M**, «Contribution à l'étude expérimental des bétons renforcés de fibres d'acier locales », mémoire de magister, Tiaret, **1998**.
- [18] : **Houget,V**, «Étude des caractéristiques mécaniques et physicochimiques de composte ciments fibres organiques », thèse de doctorat, INSA, Lyon, France,**1992**.
- [19]: **Narongrite. Sombatsompop, S. Thongsang**, «Effect of wood sawdust content on rheological changes, and thermo-mechanical properties of PVC/sawdust, polymer», international, 52, 1855, 2003.
- [20]: **Ian Hamerton**, « Polymer, the environment and sustainable development, Wiley editorial offices, handbook», **2003**.
- [21] : **Dr. Gilles Olive**, Chimie des matériaux, 3ème édition, techniques de l'ingénieur traité généralités, **2005**.
- [22]: **Christophe Barley**, « Analysis of the flax fiber tensile behavior and analysis of the tensile stiffness increase », Composites: Part A, 33 939–948, **2002**.
- [23] : **Gina Gohorianu**, « Interaction entre les défauts d'usinage et la tenue en matage d'assemblages boulonnes en carbone/époxy », thèse de doctorat, université de Toulouse III - Paul Sabatier, **2008**.
- [24]: **A.Elouaer,Z.Aboura, R.Ayad, H.Sabhi et M.L Benzeggagh**, « Monitoring of fatigue damage in composites based fiber plant », JNC 16, Toulouse, **2009**.

- [25] : **Seyni Abdoulaye**, «propriété physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par Co-broyage», thèse de doctorat, université de Toulouse, **2008**.
- [26] : **Karray**, «Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux composites par méthode holographique numérique 3D et analyse diélectrique », thèse de doctorat, université du Maine, **2012**.
- [27] : **Gina Gohorianu**, « Interaction entre les défauts d'usinage et la tenue en matage d'assemblages boulonnées en carbone/époxy », thèse de doctorat, université de Toulouse III - Paul Sabatier, **2008**.
- [29] : **Bourai K**, «Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage, université Laval, Québec, 128 p. **2010**.
- [30] : **Camille Magniont**, «Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un éco matériau de construction à base d'agro ressources », thèse de doctorat, université de Toulouse, **2010**.
- [31]: **James Holbery et Dan Houston**, « Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications », over view, Low-Cost composites in Vehicle Manufacture, **2006**.
- [32] : **Adil Sbiai**, « Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres», thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées de Lyon, **2011**.
- [33] : **Franck Michaud**, « Rhéologie de panneaux composites Bois/thermoplastiques Sous chargement thermomécanique s», thèse de doctorat, université Bordeaux, France, **2003**.
- [34] : **David Sedan**, «Étude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite», thèse de doctorat, université de Limoges, **2007**.
- [35] : **Céline Geneau**, «Procédé d'élaboration d'agro matériau composite naturel par extrusion biva et injection moulage de tourteau de tournesol», thèse de doctorat, institut national polytechnique de Toulouse, **2006**.
- [36] : **Véronique Brudieux**, «Extraction, modification enzymatique et caractérisation chimique de nouvelles structure pectiques. Application de la relation structure /activité à la dermocosmétique », thèse de doctorat, université de limoges, **2007**.

[37] : **Castèra Patrick**, «comportement physico-mécanique des matériaux fibreux celluloses considères comme des milieux aléatoires», thèse de doctorat LRBB, CNRS/INRA/Université Bordeaux ,2002.

[38] : **Bérénice Garcia Cerrillos, Noel Mangin**, « Papier et carton au contact des denrées alimentaire », F1315, 2007.

[39] : **Stinga Nicoleta Camelia**, «Utilisation de la chimie chromatogène pour la conception et la réalisation de matériaux celluloses barrières à l'eau, aux graisses et aux gaz», thèse de doctorat à l'université Joseph Fourier –Grenoble 1, 2008.

[40] : **Djamel Guemmour et Élisabeth Oxandaboure**, «Blanchiment des pâtes désancrées», 2005.

[41] : Maghrebergent Algérie, 2013.

[42] : **Adil Sbiai**, « Matériaux composites a matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier effet de l'oxydation au tempo sur les fibres», thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Lyon, 2011.

[43] : **Perrot**, « Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - cas des résines polyester limitant les émissions de styrène », thèse de doctorat, université de Bretagne sud, 2006.

[44]: **Maya Jacob John Rajesh D. Anandjiwala**, « Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites, polymer composites», (in press).

[45]: **N.E. Zafeiropoulos, D.R. Williams, C.A. Baillie, F.L. Matthews**, « Engineering and characterisation of the interface in flax Fiber/Polypropylene composite materials. Part I. development and investigation of surface treatments, composites», Part A 33, 1083–1093, 2002.

[46]: **B.F. Abu-Sharkh H. Hamid**, «Degradation study of date palm fiber/polypropylene composites in natural and artificial weathering: mechanical and thermal analysis, Polymer degradation and stability», Part A 85, 967-973, 2004.

- [47]: **Andrzej K. Bledzki, Omar Faruk**, « Creep and impact properties of wood Fiber/Polypropylene composites: influence of temperature and moisture content, composites», science and technology, 64, 693–700, **2004**.
- [48] : **Rosilei Aparecida Garcia**, « Amélioration de la stabilité dimensionnelle des panneaux de fibre de bois MDF par traitement physique- chimiques», thèse de doctorat, **2005**.
- [49]: **L. Podgorki , B. Chevet, L.Onic**, « Modification of wood wettability by plasma and corona treatments, J. Adhesion», **2000**.
- [50] : **Franck Michaud**, « Rhéologie de panneaux composites bois / thermoplastique sous chargement thermomécanique, aptitude au postfromage », thèse de doctorat, université Laval, Canada **2003**.
- [51]: **Xue Li Li, Lope G. Tabil et Satyanarayan Panigrahi**, « Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites », J. Polymer. Environ, 15, 25–33, **2007**.
- [52]: **A. Bessadok**, « Effect of chemical treatments of Alfa fibers on water-sorption properties composites», science and technology, Vol 67-685-697 **2007**.
- [53] : **Amel Hamma**, « Effets de cycles d’extrusion répétés et de la thermooxydation sur la structure et les propriétés de composites polypropylène / Farine de bois », », mémoire de magister, université Abderrahmane Mira Bejaia, **2009**.
- [54]: **M. S. Sreekala , M. G. Kumaran, Seena Joseph and Maya Jacob**, « Oil palm fiber reinforced phenol formaldehyde composites: influence of fibre surface modifications on the mechanical performance», applied composite materials7: 295–329, **2000**.
- [55] : **Philippe Tingaut**, « Modification de la structure chimique du bois par des alcoxysilanes diversement substitués », thèse de doctorat, université Bordeaux 1, **2006**.
- [56] : **A. K. Bledzki i, A. A. Mamun, O. Faruk**, « Abaca fibre reinforced PP composites and comparaison with jute and flax fibre PP composites», express Polymer Letters, 755–762, **2007**.
- [57]: **Steven Spoljaric, Antonietta Genovese, Robert A. Shanks**, « Polypropylene-microcrystalline cellulose composites with enhanced compatibility and properties », composites: Part A 40, 791–799, **2009**.

- [58]: **Nguyen Tri Phuong, Villontreix Grilbert, Bui Chuong**, « Preparation of recycled polypropylene/organophilic modified layered silicate nanocomposites », *Journal of Applied Polymer, Part II*, **2008**.
- [59]: **A.L.Leao , R Rowell, N.Tavares,C.K.Hong**, « Mechanical properties of Islamized jute – polypropylene composites», *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 14, 71 -76, **2008**.
- [60]: **A .Valdez Gonzales ,J.N.Cervants,R.Olayo, P.J.Hevera –franco**, «Chemical modification of henequen fiber with an organosilane coupling agent composites», *Part B- Eng*, 30,321 - 331, **1999**.
- [61]: **Sonia M.B .B, Nachtigall, Graziela S. Cerveira, Simone M.L. Rosa**, «New polymeric-coupling agent for polypropylene/wood-flour composites, *Polymer Testing*», 26, 619–628, **2007**.
- [62]: **Livia Danyadi i, Tunde Janecska, Zoltan Szabo, Gabor Nagy, Janos Moczo, Bela Pukanszky**, «Wood flour filled PP composites: compatibilization and adhesion, composites», *Science and Technology*, 67, 2838–2846, **2007**.
- [63]: **Zita Dominkovics s, Livia Danyadi, Bela Pukanszky**, « Surface modification of wood flour and its effect on the properties of PP/wood composites, *Composites*», Part A 38, 1893–1901, **2007**.
- [64]: **C. Panayiotou**, «Novel biodegradable composites based on treated lignocellulosic waste flour as filler. Part I. Surface chemical modification and characterization of waste flour, *Composites*», Part a 36, 965–974, **2005**.
- [65]: **Bullions T.A , Hoffman D., Gillespie R.A., Price-O_Brien J., Loos A.C.**, «Contributions of feather fibers and various cellulose fibers to the mechanical properties of polypropylene matrix composites», *Composites Science and Technology* 66, 102–114, **2006**.
- [66]: **Liu X. Y, Dai G. C.**, « Surface modification and micromechanical properties of jute fiber reinforced polypropylene composites», *Express Polymer Letters* 1(5), 299–307, **2007**.
- [67]: **Vilaseca et al ,J.P., Vallejos M.E., Barber`a L., P`elach M.A., Turon X., Mutj`e P.**, « Recovered and recycled Kraft fibers as reinforcement of PP composites», *Chemical Engineering Journal* 138, 586–595, **2008**.
- [68]: **Nourbakhsh Amir , Ashori Alireza**, « Performance properties of microcrystalline cellulose as a reinforcing agent in wood plastic composites», *Composites: Part B*, **2010**.

[69]: **Md. N. Islam m, Md. R. Rahman, Md. M. Haque, Md. M. Huque**, « Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites », *Composites: Part A* 41 -192–198 **2010**.

[70]: **A. R. Bertoti S. Luporini, M.C. Azevedo Esperidiao**, « Effects of acetylation in vapor phase and mercerization on the properties of sugarcane fibers », *carbohydrate Polymers* 77 20 24, **2009**.

[71]: **S.M. Luz z, J. Del Tio, G.J.M. Rocha, A.R. Goncalves, A.P. Del’Arco Jr**, « Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: effect of acetylation on mechanical and thermal properties », *Composites: Part A* 39 1362–1369, **2008**.

[72]: **Shakeri Alireza & Ghasemian Ali**, « Water Absorption and Thickness Swelling Behavior of Polypropylene Reinforced with Hybrid Recycled Newspaper and Glass Fiber », Springer Science and Business Media B.V., **2009**.

[73]: **Yasemin Bulut t• Aysun Aksi**, « A comparative study on chemical treatment of jute fiber: potassium dichromate, potassium permanganate and sodium perborate trihydrate », DOI 10.1007/s10570-013-0049-6, **2013**.

[74]:**F. A. Cotton , G. Wilkinson, C. A. Murillo, and M. Bochmann**, *Advanced Inorganic Chemistry*, 6 th Edition. Wiley-VCH. ISBN 0-471-19957-5. April **1999**.

[75]: **Acetone**. The Pub Chem Project. USA: National Center for biotechnology information.

[76] : Fiche technique de la société arkema

[77]: **Susheel Kalia, B.S. Kaith,Internet Kaur**, «Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—A review », university Pacheri Bari, Jhunjhunu-333 515 Rajasthan, India, **2009**.

[78] : **Nacéra Chibani i, Hocine Djidjelli, Amar Boukerrou, Samir Nedjma**, « Etude du désencrage des déchets de papier journal par un traitement alcalin», université A. Mira Bejaia, **2011**.

[79] : **Mohamed**, « Les effets du vieillissement naturel sur les propriétés de nano-bio composites PHBV/Cloisite», 30B ,**2012**.

[80]: Giuseppe Cristaldi i, Alberta Latteri, Giuseppe Recca and Gianluca Cicala, « Composites based on natural fiber fabrics», university of Catania Italy, 2010.

[81]: H. DJIDJELLI, M. KACI, A. BOUKERROU and S. KRIM et al, « Study of thermal properties of polypropylene/olive pomace composites by TG-DTG grignon d'olive», academic journal of manufacturing engineering, vol.7, issue 1/2010

[82]: C. Ihamouchen ,H. Djidjelli, A. Boukerrou, S. Krim, M. Kaci, J. J. Martinez, « Effect of surface treatment on the physic mechanical and thermal properties of high density Polyethylene/Olive husk flour composites», university A. Mira, Béjaia, 2009.

[83] : Andrzej K. Bledzki , Omar Faruk, « Injection moulded micro cellular wood fiber - polypropylene composites», composites, Part A 37, 1358–1367, 2006.

[84] : Abdelkader Bendahou u,a,b Youssef Habibi, aHamid Kaddamib et Alain Dufresne*a, «Matériaux composites à base des fibres lignocellulosiques et de matrices thermoplastiques (PP ET PEBD) », université cadi ayyad, BP 549 ,2009.

[85]: H. Demir r, U. Atikler, D. Balkose, F. Tihminlioglu, «The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene–luffa fiber composites», Composites, Part A 37, 447–456, 2006.

[86]: Dalila Hammiche, Amar Boukerrou, Hocine Djidjelli, Meriama Beztout, Salem Krim, «Synthesis of a Now Compatibilisant Agent PVC-g-MA and Its Use in the PVC /Alfa Composites», Université de Abderrahmane Mira, DOI 10.1002/app.35422, 2011.

.

Annexes

Annexes

➤ *Résultats du test d'absorption d'eau*

<i>Formulation</i>	<i>Temps (jours)</i>	<i>m₀</i>	<i>m_f</i>	<i>Abs(%)</i>
PP	0		–	0
	24		1.3079	0
	48		1.3080	0,00765
	72		1.3080	0,0096
	96		1.3080	0,0096
	144		1.3081	0,0153
	168		1.3081	0,0153
	192		1.3081	0,0153
	216		1.3082	0,02294
	240		1.3082	0,02294
	288		1.3082	0,02323
	312	1.3079	1.3082	0,02323
	336		1.3082	0,02323
	360		1.3082	0,02323
	384		1.3082	0,02323
	432		1.3082	0,02323
	456		1.3082	0,02323
	480		1.3082	0,02323
	504		1.3082	0,02323
	528		1.3082	0,02323
576		1.3082	0,02323	
600		1.3082	0,02323	
	0			
	24		1.3471	0,0519

PP /PCV	48		1.3473	0,0668
	72		1.3475	0,0817
	96		1.3478	0,1039
	144		1.3482	0,1336
	168		1.3684	0,1463
	192		1.3486	0,1634
	216		1.3488	0,1782
	240		1.3490	0,1931
	288	1.3464	1.3492	0,2079
	312		1.3494	0,2228
	336		1.3497	0,2498
	360		1.3499	0,2599
	384		1.3501	0,2748
	432		1.3502	0,2748
	456		1.3503	0,2896
	480		1.3503	0,2896
	504		1.3504	0,2970
	528		1.3504	0,2970
	576		1.3504	0,2970
	600		1.3504	0,2970
PP /PCM	0		1.3252	0
	24		1.3254	0,0150
	48		1.3258	0,0452
	72		1.3261	0,0512
	96		1.3262	0,0754
	144		1.3265	0,0981
	168		1.3268	0,1207
	192		1.3270	0,1358
	216		1.3273	0,1584
	240		1.3274	0,1660
	288		1.3275	0,1735
	312		1.3276	0,1811
	336		1.3277	0,1886
	360		1.3280	0,2112
	384		1.3282	0,2263
	432	1.3252	1.3283	0,2339
	456		1.3283	0, 2339
480		1.3284	0,2414	

	504		1.3285	0,2490
	528		1.3285	0,2490
	576		1.3285	0, 2490
	600		1.3285	0, 2490
<i>P/PCV/PP-g-MA</i>	0		1.3522	0
	24		1.3525	0,0221
	48		1.3526	0.0295
	72		1.3528	0,0443
	96		1.3530	0,0591
	144		1.3531	0,0665
	168		1.3532	0.0739
	192		1.3534	0.0887
	216	1.3522	1.3535	0.0961
	240		1.3536	0.1035
	288		1.3538	0,1183
	312		1.3539	0.1257
	336		1.3541	0.1405
	360		1.3542	0.1479
	384		1.3542	0.1479
	432		1.3543	0.1553
	456		1.3545	0.1700
	480		1.3545	0.1700
	504		1.3547	0,1658
	528		1.3547	0,1658
576		1.3547	0,1658	
600		1.3547	0,1658	

➤ Résultats de la densité

Formulations	Densité
F0	0,90878
F1	0,92553
F2	0,93988
F3	0,93653

➤ Résultats de l'indice de fluidité

Formulations	Indice de fluidité
F0	4,1672
F1	4,2296
F2	4,2052
F3	3,9428

➤ Résultats de la traction

Formulations	Contrainte à la rupture					
	Essai				moy	
F0	36,39	36,29	–	–	–	36,34
F1	34,73	31,31	33,75	–	–	33,26
F2	30,21	39,82	35,86	29,91	34,87	34,13
F3	39,36	37,51	39,33	35,71	–	37,97

Formulations	Allongement à la rupture					
	Essai					moy
F0	14,79	13,87	–	–	–	14,33
F1	10,90	10,84	14,57	–	–	12,10
F2	12,93	8,54	9,14	15,93	11,36	11,58
F3	9,81	10,24	9,09	12,96	–	10,52

Formulations	Module de Young					
	Essai					moy
F0	1020,58	1203,96	–	–	–	1112,27
F1	1180,96	1111,10	1063,77	–	–	1118,58
F2	1230,26	1161,56	1268,76	1184,22	1146,70	1198,30
F3	1204,38	1202,72	1155,13	1035,4	–	1174,41

Résumé

Cette présente étude est consacrée à l'élaboration des composites à base de polypropylène chargé avec les fibres de papier carton usagés. Pour réduire le caractère hydrophile de papier carton et faciliter son mélangeage avec le polypropylène deux traitements sont proposés. Le premier consiste à utiliser un agent compatibilisant (PP-g-MA) et le deuxième par un traitement chimique avec le permanganate de potassium du papier carton.

Les résultats ont montré que les propriétés physico-chimique des composites préparés avec le papier carton traité sont meilleures que celles se PP/ papier carton vierge. Par ailleurs l'utilisation de PP-g-MA s'avère plus efficace que le traitement avec le KMnO_4 .

Mots clés : PP, papier carton, adhésion interfaciale, permanganate de potassium, composites.

Abstract

This present study is dedicated to the elaboration of the dissimilar on base of the polypropylene loaded with the fibers of paper box worn. To reduce the hydrophilic character of paper box and facilitate its mixing with polypropylene two treatments are proposed. The first one consists in using an agent including (PP-g-MA) and the second by a chemical treatment whit potassium permanganate of the paper cardboard.

The results showed that the properties physico-chemical of the composites prepared with the paper handled cardboard are better than those PP/ paper blank cardboard. Besides the use of PP-g-MA more turns out to be effective than the treatment with the KMnO_4 .

Keywords: PP, paper cardboard, interfacial support, potassium permanganate, composites.